



**TUGAS AKHIR - SF 141501**

**SINTESIS NANOPARTIKEL  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  DARI BATU  
BESI DENGAN METODE KOPRESIPITASI  
DALAM pH BERVARIASI**

**Kunti Nailazzulfa  
NRP 1111 111 047**

**Dosen Pembimbing  
Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph. D.**

**Jurusan Fisika  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2014**



**FINAL PROJECT - SF 141501**

**SYNTHESIS OF  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  NANOPARTICLES FROM  
LOCAL IRON STONE USING  
COPRECIPITATION METHOD WITH pH  
VARIATION**

**Kunti Nailazzulfa  
NRP 1111 100 047**

**Advisor  
Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph. D.**

**Department of Physics  
Faculty of Mathematics and Natural Science  
Tenth Nopember of Technology Institute  
Surabaya 2014**

**SINTESIS NANOPARTIKEL  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  DARI BATU BESI  
DENGAN METODE KOPRESIPITASI DALAM pH  
BERVARIASI**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains  
pada  
Bidang Fisika Material  
Program Studi S-1 Jurusan Fisika  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

**KUNTI NAILAZZULFA**  
NRP 1111 100 047

Disetujui oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir

**Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.**

NIP : 19660224 199002 1 001

()

Surabaya, Juli 2015

# **SINTESIS NANOPARTIKEL $\text{Fe}_2\text{O}_3$ DARI BATU BESI DENGAN METODE KOPRESIPITASI DALAM pH BERVARIASI**

Nama : Kunti Nailazzulfa  
NRP : 1111 100 047  
Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, M. Sc., Ph. D

## **Abstrak**

Sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan bahan dasar batu besi lokal dari Tanah Laut, Kalimantan Selatan telah dilakukan dengan metode kopresipitasi. Sintesis dimulai dengan melarutkan batu besi ke HCl pada temperatur  $70^\circ\text{C}$  selama 1 jam, diikuti dengan penyaringan. Larutan lolos saring selanjutnya diencerkan dengan aquades untuk mendapatkan pH 1 dan diendapkan menggunakan  $\text{NH}_4\text{OH}$  untuk mendapatkan pH 3, 5 dan 7. Hasil dari proses sintesis kemudian dikeringkan pada temperatur  $100^\circ\text{C}$ . Serbuk kering yang dikalsinasi pada temperatur  $500^\circ\text{C}$ ,  $800^\circ\text{C}$  dan  $1100^\circ\text{C}$ . Serbuk hasil kalsinasi dikarakterisasi menggunakan XRD dimana data dianalisis menggunakan metode Rietveld melalui perangkat lunak Rietica. Selanjutnya, analisis ukuran kristal dilakukan dengan pengujian TEM. Hasil penelitian menunjukkan hematit murni ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dicapai setelah semua proses kalsinasi. Ukuran kristal hematit adalah sekitar 30 nm untuk sampel pH 3 dan sekitar 10 nm untuk sampel pH 7.

*Kata kunci: batu besi, hematit, metode kopresipitasi, variasi pH, nanokristal.*

# **SYNTHESIS OF $\text{Fe}_2\text{O}_3$ NANOPARTICLES FROM LOCAL IRON STONE USING COPRECIPITATION METHOD WITH pH VARIATION**

Name : Kunti Nailazzulfa  
NRP : 1111 100 047  
Advisor : Prof. Suminar Pratapa, M. Sc., Ph. D

## ***Abstract***

*Synthesis of  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  nanoparticles based on local iron stone from Tanah Laut, South Kalimantan has been performed with a coprecipitation method. The synthesis started by dissolving the bulk iron stone into HCl at a temperature of 70 °C for 1 hour, followed by filtering. The solution was further diluted with distilled water to obtain a pH of 1 and precipitated using  $\text{NH}_4\text{OH}$  to obtain a pH of 3, 5 and 7. The results of the process were then dried at 100 °C. The dried powders were calcined at 500 °C, 800 °C and 1100 °C. The calcined powders were characterized using XRD where the data were analyzed using the Rietveld method through Rietica software. Furthermore, the crystal size analysis was performed by TEM examination. Results showed pure hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) was achieved after the all calcination processes. The crystallite size of hematite was about 30 nm for pH 3 sample and about 10 nm for pH 7 sample.*

*Keywords: iron stone, coprecipitation method, hematite, nanocrystals, pH variation.*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah penulis ucapkan kepada ALLAH SWT karena atas berkah, rahmat, dan petunjukNya atas iman, islam, dan ikhsan yang diberikan kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir (TA) ini dengan optimal dan tanpa suatu kendala apapun. Sholawat serta salam tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW yang telah menuntun kami dari kebodohan menuju cahaya kebenaran.

Tugas Akhir (TA) ini penulis susun untuk memenuhi persyaratan menyelesaikan pendidikan strata satu jurusan Fisika ITS. Tugas Akhir dengan judul:

### ***“Sintesis Nanopartikel $Fe_2O_3$ dari Batu Besi dengan Metode Kopresipitasi dalam pH Bervariasi”***

Penulis persembahkan kepada masyarakat Indonesia guna berpartisipasi untuk mengembangkan ilmu pengetahuan dalam bidang sains dan teknologi.

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada pihak-pihak yang membantu penyusunan laporan Tugas Akhir (TA) dan proses penelitiannya.

1. Kedua orang tua tercinta, Ayah M. Afandi dan Ibu Fadllah yang telah memberikan semua hal terbaik bagi penulis sejak kecil sampai dewasa.
2. Kakak tercinta A. Fathoni dan Aida Fitria serta adik tersayang M. Yusuf Cholili dan M. Haikal Asyafiq yang telah memberikan support dan do'a kepada penulis.
3. Semua keluarga yang telah memberikan do'a terbaik bagi penulis.
4. Bapak Prof. Suminar Pratapa Ph.D selaku dosen pembimbing yang telah memberi pengarahan selama proses penelitian dan penyusunan laporan.

5. Bapak Dr. Yono Hadi Pramono Ibu Dr. Melania Suweni Muntini selaku Ketua dan Sekretariat Jurusan Fisika FMIPA ITS.
6. Humaatul Islam dan Riyan Angela sebagai rekan tim “Batu Besi” yang telah membantu penulis dalam proses penelitian di lapangan
7. Bu Upik dan mbak Ofa yang telah membantu dalam pengujian XRD.
8. Mbak Aini yang memberikan masukan-masukan terhadap penulis dalam penulisan tugas akhir serta motivasi.
9. Gita Ayu, Tri Wahyuni, Fikriaytul A, Afida K, dan Filza Amalina sebagai rekan tim pembimbingan TA yang telah banyak memberikan motivasi dan masukan terhadap penulis.
10. Bapak Sholih selaku laboran Laboratorium Fisika Material.
11. Eta Wahana P yang telah memberikan support dan do’a terbaik bagi penulis.
12. Setiawan Abdillah dan Ridlo Fajrittamam sebagai sahabat yang selalu mendengar keluh kesah dan memberikan support kepada penulis selama menjalankan penelitian.
13. Segenap teman-teman Fisika Foton 2011 yang telah memberikan support terbaik bagi penulis. Terima kasih atas pelajaran berharga yang membuat kami menjadi sebuah keluarga.
14. Dan semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari dalam penyusunan laporan ini masih terdapat kesalahan. Mohon kritik dan saran pembaca guna menyempurnakan laporan ini. Akhir kata semoga laporan Tugas Akhir ini bermanfaat bagi semua pihak. Amin.

Surabaya, Juni 2015

Penulis  
(Kunti Nailazzulfa)

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL.....</b>	<b>i</b>
<b>COVER PAGE .....</b>	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN.....</b>	<b>iii</b>
<b>ABSTRAK.....</b>	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xii</b>
 <b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	 <b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Batasan Masalah .....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
1.6 Sistematika Penulisan.....	3
 <b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	 <b>5</b>
2.1 Bijih Besi .....	5
2.2 Besi Oksida.....	6
2.3 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (Hematit) .....	7
2.4 Derajat Keasamaan (pH) .....	8
2.5 Metode Kopressipitasi .....	9
 <b>BAB III METODOLOGI .....</b>	 <b>11</b>
3.1 Preparasi Batu Besi .....	11
3.2 Sintesis Serbuk Besi Oksida dengan Menggunakan Metode Kopresipitasi .....	11



3.3 Karakterisasi Serbuk Besi Oksida .....	13
3.3.1 <i>X-ray Fluorescence</i> (XRF) .....	13
3.3.2 <i>X-ray Diffractometer</i> (XRD) .....	14
3.3.3 DTA/TG.....	14
3.4 Diagram Penelitian .....	15
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>17</b>
4.1 Hasil Sintesis .....	17
4.2 Hasil DSC-TGA .....	20
4.3 Analisis Fasa.....	21
4.3.1 Analisis Kualitatif.....	21
4.3.2 Analisis Kuantitatif.....	24
4.4 Analisis Ukran Kristal dengan TEM.....	28
4.5 Pembahasan .....	29
<b>BAB V KESIMPULAN.....</b>	<b>33</b>
5.1 Kesimpulan.....	33
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>35</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>39</b>
<b>BIOGRAFI PENULIS .....</b>	<b>57</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Hasil Uji XRF Batu Besi .....	20
Tabel 4.2	Nilai FoM Hasil Penghalusan <i>Rietveld</i> Untuk Sampel Hasil Kalsinasi .....	26
Tabel 4.3	Nilai FoM Hasil Penghalusan Rietveld untuk Sampel Hasil Kalsinasi .....	27

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Diagram total sumberdaya bijih besi Sumatera, Kalimantan, Kepulauan Nusa Tenggara dan Pulau Sulawesi .....	6
Gambar 2.2	Struktur kristal hematit .....	8
Gambar 3.1	Seperangkat peralatan XRF .....	13
Gambar 3.2	Seperangkat peralatan XRD <i>PhilipsX'Pert MPD system</i> .....	14
Gambar 3.3	Diagram alir penelitian .....	15
Gambar 4.1	Bahan dasar batu besi untuk sintesis.....	17
Gambar 4.2	Hasil sintesis batu besi dengan HCl setelah proses penyaringan.....	18
Gambar 4.3	Hasil proses pengendapan dengan $\text{NH}_4\text{OH}$ .....	18
Gambar 4.4	(a) Serbuk hasil kopresipitasi.....	19
	(b) Serbuk setelah proses kalsinasi .....	19
Gambar 4.5	Pola difraksi batu besi.....	19
Gambar 4.6	Kurva DSC-TGA sampel pH 1 .....	20
Gambar 4.7	Pola difraksi ( $\text{CuK}_\alpha = 1.5418\text{\AA}$ ) untuk sampel variasi pH setelah pengeringan .....	22
Gambar 4.8	Pola difraksi ( $\text{CuK}_\alpha = 1.5418\text{\AA}$ ) untuk sampel variasi pH pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ .....	22
Gambar 4.9	Pola difraksi ( $\text{CuK}_\alpha = 1.5418\text{\AA}$ ) untuk sampel variasi pH pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$ .....	23
Gambar 4.10	Pola difraksi ( $\text{CuK}_\alpha = 1.5418\text{\AA}$ ) untuk sampel variasi pH pada suhu $1100\text{ }^\circ\text{C}$ .....	23
Gambar 4.11	Contoh pola difraksi pemodelan $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .....	25
Gambar 4.12	Contoh pola hasil penghalusan sampel pH 3, suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$ menggunakan metode <i>Rietveld</i> .....	25
Gambar 4.13	(a) Hasil TEM pada sampel pH 3, $T = 500\text{ }^\circ\text{C}$ ....	28
	(b) Hasil TEM pada sampel pH 7, $T = 500\text{ }^\circ\text{C}$ ...	28

## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A	Hasil DSC-TGA .....39
LAMPIRAN B	ICSD untuk Pemodelan dari <i>Database</i> ....41
LAMPIRAN C	Pola Difraksi Terhitung (Model) .....43
LAMPIRAN D	Pola Hasil Refinement <i>Rietica</i> .....49
LAMPIRAN E	Pola Hasil XRD Plastisin .....55

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1. Latar Belakang**

Material yang memiliki struktur nanometer, akhir-akhir ini memiliki peminat yang cukup tinggi karena memiliki banyak sifat-sifat unik. Sifat-sifat tersebut meliputi dari segi mekanik, elektronik, magnetik maupun sifat fisika-kimia. Salah satu bahan yang saat ini cukup diminati dalam penelitian yang berstruktur nanometer adalah besi oksida.

Besi oksida merupakan bahan yang sangat penting, dimana memiliki tiga bentuk umum. Salah satunya adalah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (hematit). Besi oksida hematit memiliki banyak aplikasi teknologi seperti pigmen, katalis, sensor, agen pembersih lingkungan polutan, bahan biomedis dan bahan magnetik (Bagheri, 2013).

Salah satu cara untuk menghasilkan material yang berstruktur nanometer bisa dilakukan dengan cara mengontrol pH (Darmawan, 2011). Variasi pH akan berpengaruh terhadap ukuran kristal yang terbentuk. Pengontrolan pH ini dapat dilakukan dengan metode kopresipitasi. Pada tahun 2013, Betti dan Astuti berhasil melakukan sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetik) dengan menggunakan metode kopresipitasi (Delmifiana, 2013), namun tanpa pengontrolan pH dan mendapatkan ukuran kristal magnetik sebesar 41,6 nm. Pengolahan besi oksida alam lebih banyak diarahkan untuk menghasilkan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan jarang diorientasikan untuk mendapatkan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  padahal material yang terakhir ini juga memiliki potensi yang menarik, misalnya sebagai material dasar pembuatan baterai litium berfasa  $\text{LiFePO}_4$  (Rong, 2013).

Dalam penelitian bahan besi oksida, telah banyak peneliti yang menggunakan bahan dasar dari alam. Bahan dasar alam yang bisa digunakan adalah pasir besi (Linda, 2014) dan batu besi. Batu besi merupakan salah satu cadangan alam yang melimpah di Indonesia, namun dalam pengolahannya hampir selalu dihancurkan dan dijadikan pasir besi. Sintesis nanometrik

berbahan dasar batu besi tanpa melalui proses pembuatan pasir besi belum ditemukan di literatur.

Selain itu, penelitian dengan menggunakan bahan dasar alam memiliki beberapa kekurangan. Salah satunya adalah perlu dilakukan proses pemurnian terlebih dahulu sebelum dilakukan sintesis. Proses pemurnian biasanya dilakukan dengan menghancurkan batu besi menjadi serbuk, kemudian dicuci berulang kali sampai bersih dari pengotornya, selanjutnya proses ekstraksi dengan menggunakan magnet permanen. Hal tersebut menjadikan sintesis dengan bahan dasar alam tidak efisien.

Dari uraian diatas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dari bahan dasar batu besi dengan menggunakan metode kopresipitasi dalam variasi pH. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk dan ukuran kristal fasa pada produk sintesis metode kopresipitasi.

## **1.2. Perumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang di atas, maka perumusan masalah yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana menghasilkan besi oksida dengan kemurnian tinggi dari batu besi?
2. Fasa apa yang terbentuk ketika batu besi diproses dengan mengontrol pH dan variasi kalsinasi?
3. Bagaimana ukuran kristal fasa-fasa pada produk sintesis dengan mengontrol pH dan variasi kalsinasi?

## **1.3. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk menghasilkan besi oksida dengan kemurnian tinggi dari batu besi dengan menggunakan metode kopresipitasi.
2. Mengkarakterisasi fasa *hematite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dari pengontrolan pH dan variasi kalsinasi dengan metode kopresipitasi.

3. Mengkarakterisasi ukuran kristal berukuran nanometer pada produk sintesis dari pengontrolan pH dengan metode kopresipitasi.

#### **1.4. Batasan Masalah**

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sintesis pembentukan nanopartikel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan analisis pada produk sintesis metode kopresipitasi dengan data XRD dan XRF.

#### **1.5. Manfaat Penelitian**

Hasil dari penelitian ini diharapkan memberikan pemahaman tentang proses sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dari bahan dasar batu besi dengan metode kopresipitasi dalam pH bervariasi dengan produk yang berukuran nanometer.

#### **1.6. Sistematika Penulisan**

Sistematika penulisan Tugas Akhir ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian ini. Bab I pendahuluan yang berisi latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan. Bab II tinjauan pustaka berisi dasar-dasar teori penunjang dari penelitian. Bab III metodologi penelitian. Bab IV hasil penelitian dan pembahasan. Dan Bab V merupakan kesimpulan.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

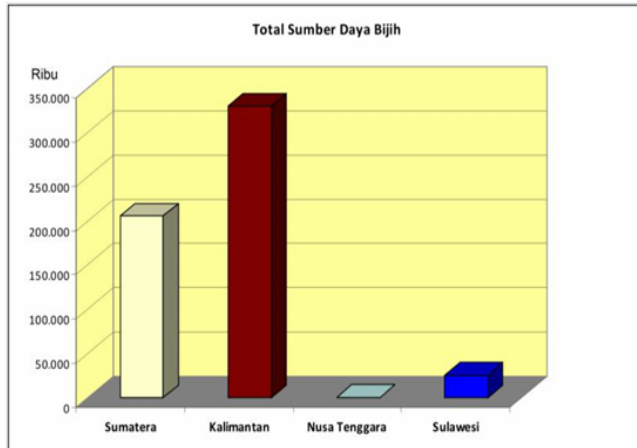
#### **2.1 Bijih Besi**

Bijih besi di alam terbentuk dalam mineral magnetit, hematit, limonit, pyrit dan Cromit. Pada mineral-mineral tersebut, kandungan besi bisa mencapai 70%. Bijih besi ini banyak digunakan dalam industri besi dan baja dan sering diekspor dari Indonesia ke China. Mineral bijih besi di Indonesia, banyak terdapat sebagai metasomatik kontak, berupa bolder besar yang terpendam dan tersingkap secara acak.

Besi adalah logam transisi yang paling banyak dipakai karena relatif melimpah di alam dan mudah diolah. Besi murni tidak begitu kuat, tetapi bila dicampur dengan logam lain dan karbon didapat baja yang sangat keras. Bijih besi biasanya mengandung hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) yang dikotori oleh pasir ( $\text{SiO}_2$ ) sekitar 10 %, serta sedikit senyawa sulfur, posfor, aluminium dan mangan (Syukri, 1999).

Tambang galian bijih besi banyak dijumpai di Indonesia. Daerah yang paling umum dijumpai sumber daya alam bijih besi antara lain di daerah Sumatera, Kalimantan, Nusa Tenggara dan Sulawesi. Diantara daerah tersebut, pulau Kalimantan yang memiliki potensi jumlah terbesar dalam penambangan bijih besi.

Biji besi terdiri atas oksigen dan atom besi yang berikatan bersama dalam molekul. Besi sendiri biasanya didapatkan dalam bentuk magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), goetit ( $\text{FeO (OH)}$ ), limonit ( $\text{FeO (OH) n (H}_2\text{O)}$ ) atau siderit ( $\text{FeCO}_3$ ). Bijih besi biasanya kaya akan besi oksida dan beragam dalam hal warna, dari kelabu tua, kuning muda, ungu tua, hingga merah karat. Saat ini, cadangan bijih besi nampak banyak, namun seiring dengan bertambahnya penggunaan besi secara eksponensial berkelanjutan, cadangan ini mulai berkurang, karena jumlahnya tetap ([http://id.wikipedia.org/wiki/Bijih\\_besi](http://id.wikipedia.org/wiki/Bijih_besi)).



**Gambar 2.1** Diagram total sumberdaya bijih besi Sumatera, Kalimantan, Kepulauan Nusa Tenggara dan Pulau Sulawesi (PSDG, 2010)

## 2.2 Besi Oksida

Besi merupakan unsur terbanyak keempat yang terkandung dalam kerak bumi. Besi oksida adalah senyawa kimia yang terdiri dari besi dan oksigen. Secara alamiah bahan-bahan tersebut ditemukan dalam bentuk mineral oksida besi berupa magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), maghemit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) dan hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). Perbedaan suhu kalsinasi akan menghasilkan berbagai bentuk fasa oksida besi, dimana  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (suhu ruang),  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (kalsinasi  $200^\circ\text{C}$ ) dan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (kalsinasi  $300^\circ\text{C} - 600^\circ\text{C}$ ) (Aji., 2007; Chirita., 2009).

Reaksi pembentukan besi oksida dari ion logam besi dapat dipengaruhi beberapa faktor diantaranya pH dan konsentrasi ion logam besi dalam larutan. Reaksi pembentukan besi oksida dari larutan ion logam  $\text{Fe}^{2+}$  melalui pembentukan  $\text{Fe}(\text{OH})_2$ . Pembentukan ini hanya dapat berlangsung dalam suasana basa atau netral. Hal yang membedakan adalah pada suasana basa akan membentuk endapan  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  yang berwarna hijau kehitaman, sedangkan pada suasana netral hanya akan membentuk larutan

berwarna kehijauan (*green rust*). Dalam suasana asam tidak dapat terbentuk  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  karena reaksi pembentukan besi oksida pada suasana asam hanya mungkin melalui larutan ion logam  $\text{Fe}^{3+}$ . Banyak sedikitnya ion logam besi baik sebagai ion  $\text{Fe}^{2+}$  maupun  $\text{Fe}^{3+}$  dalam larutan yang dapat membentuk besi oksida, tergantung dari besarnya kemampuan ion logam besi tersebut untuk bereaksi dengan ion  $\text{OH}^-$  dalam larutan. Semakin pekat konsentrasi, semakin besar kemampuan untuk bereaksi. Ion besi sebagai  $\text{Fe}^{2+}$  dalam reaksi pembentukan besi oksida dapat memberikan efek yang berbeda dalam suasana asam, netral maupun basa, sehingga pengaruh pH dapat dikaji dengan lebih jelas.

### 2.3 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (Hematit)

Besi (III) Oksida atau dikenal dengan nama bijih besi adalah salah satu senyawa oksida dari besi dengan rumus kimia  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang mempunyai sifat paramagnetik. Besi oksida hematit memiliki banyak aplikasi teknologi seperti pigmen, katalis, sensor, agen pembersih lingkungan polutan, bahan biomedis dan bahan magnetik. (M. Tadiq, 2014)

Ada beberapa fasa besi (III) oksida, yaitu fasa  $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\beta$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\gamma$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\varepsilon$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Pada temperatur tinggi fasa  $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (hematit) merupakan fasa yang paling stabil dibandingkan dengan fasa yang lainnya. Struktur kristal ini adalah rombohedral (trigonal) dengan tipe kristal seperti corundum ( $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), memiliki space group “R-3 c” parameter kisi  $a = b = 5,036 \text{ \AA}$ ,  $c = 13,747 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = 90^\circ$  (Gambar 2.2). Senyawa ini bersifat antiferromagnetik dibawah suhu  $\sim 260 \text{ K}$  (suhu transisi Morin), dan ferromagnetik lemah antar  $260 \text{ K}$  dan  $950 \text{ K}$  (Suhu Neel). Sifat magnetiknya dipengaruhi oleh banyak faktor, seperti tekanan, ukuran partikel, dan intensitas medan magnet. Fasa hematit memiliki suhu curie di atas  $800^\circ \text{C}$  dan di bawah  $1000^\circ \text{C}$  (Dunlop, 1971).



membentuk air). Akibatnya terjadi kelebihan ion hidrogen dan meningkat konsentrasinya. Pengukuran pH dapat dilakukan dengan indikator universal (kertas lakmus) dan pH meter (Rufi'ati, 2011).

Ukuran, fase dan morfologi produk akhir sintesis bergantung dari bagaimana partikel-partikel kristal dalam produk tersebut terbentuk. Sementara, proses pembentukan kristal ditentukan dipengaruhi beberapa parameter seperti : pH larutan, temperatur, durasi sintesis dan konsentrasi larutan (Saidah, 2012).

Pada tahun 2013, Darmawan berhasil mensintesis nanopartikel magnetik dengan dalam variasi pH berbeda. Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin besar nilai pH larutan maka semakin kecil ukuran kristal terbentuk. Hal ini menunjukkan adanya hubungan keterbalikan antara nilai pH dengan ukuran kristal.

## **2.5 Metode Kopresipitasi**

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh. Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat. Pada kopresipitasi material-material dasar diendapkan bersama secara stoikiometri dengan reaktan tertentu.

Suatu partikel bulat haruslah berdiameter lebih besar  $10^{-6}$  m agar mengendap dalam larutan sebagai endapan. Metode yang dilakukan adalah dengan tahap pelarutan dengan aquades, pengeringan dan pencucian. Koprepitasi termasuk rekristalisasi dimana ada tujuh metode dalam rekristalisasi yaitu: memilih pelarut, melarutkan zat terlarut, menghilangkan warna larutan, memindahkan zat padat, mengkristalkan larutan,

mengumpul dan mencuci kristal, mengeringkan produknya (hasil). Ada beberapa hal yang dapat dilakukan analisis untuk meminimalkan kopresipitasi bersama endapan kristal. Ion pengotor akan hadir dalam konsentrasi yang lebih rendah selama pengendapan.

Bila zat cair didinginkan, gerakan translasi molekul-molekul menjadi lebih kecil dan gaya molekul lebih besar. Hingga setelah pengkristalan molekul mempunyai kedudukan tertentu dalam kristal. Panas yang terbentuk pada pengkristalan disebut panas pengkristalan. Selama pengkristalan temperatur tetap, disini terjadi kesetimbangan terperatur akan turun lagi pengkristalan selesai. Peristiwa kebalikan dari pengkristalan disebut peleburan (Khairiah, 2011).

Penggunaan dengan metode kopresipitasi memiliki keunggulan dibanding dengan metode konvensional lainnya yaitu tingkat kemurnian yang tinggi, proses pengendapannya sangat sederhana sehingga memudahkan dalam pemisahannya pada temperatur rendah, waktu yang dibutuhkan relatif cepat dan biaya yang cukup murah. Kelarutan zat diharapkan dapat melewati massa larutan jenuh dimana konsentrasi zat terlarut lebih besar dibandingkan keadaan setimbang sistem yang akan menghasilkan pembentuk inti kristal. Proses ini memungkinkan untuk menghasilkan serbuk dengan ukuran kristal (Kamaryah, 2007).

## **BAB III METODOLOGI**

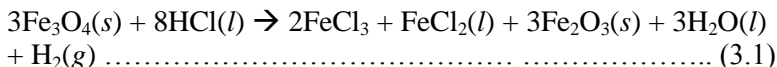
Penelitian ini memiliki tujuan untuk mendapatkan besi oksida  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan kemurnian tinggi dari sintesis batu besi yang berasal dari daerah Tanah Laut, Kalimantan Selatan serta ukuran kristal dengan cara mengontrol pH, menggunakan metode kopresipitasi. Hasil dari sintesis akan dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen *X-ray Fluorescence* (XRF), *X-ray Diffractometer* (XRD) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Metode penelitian ini akan diuraikan dalam tiga bagian yaitu preparasi batu besi, sintesis serbuk besi oksida dan karakterisasi bahan uji.

### **3.1 Preparasi Batu Besi**

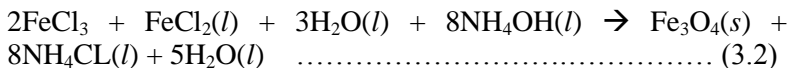
Bahan utama yang digunakan dalam melakukan penelitian ini adalah batu besi. Batu besi yang awalnya berbentuk bongkahan besar dihancurkan menggunakan penumbuk besi menjadi bongkahan kecil. Biji besi yang dalam bentuk bongkahan kecil ini kemudian dipoles agar didapatkan salah satu permukaan yang halus dan rata untuk dilakukan uji XRF dan XRD. Pengujian XRF sebelum dilakukan sintesis bertujuan untuk mengetahui unsur apa saja yang terkandung dalam batu besi. Sedangkan pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui fasa awal dari batu besi sebelum dilakukan sintesis.

### **3.2 Sintesis Serbuk Besi Oksida dengan Menggunakan Metode Kopresipitasi**

Sintesis dimulai dengan melarutkan bahan dasar batu besi dengan massa 3 gram dalam larutan HCl dengan volume 40 ml. Batu besi yang disintesis dipilih dengan ukuran sekitar  $\pm 0.5$  cm. Kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam dengan kecepatan konstan dan temperatur dijaga antara  $65^\circ\text{C}$  -  $70^\circ\text{C}$ . Persamaan reaksi dapat dilihat pada persamaan (3.1). Selanjutnya larutan hasil sintesis disaring sebanyak 2 kali.



Larutan hasil lolos penyaringan selanjutnya diendapkan dengan cara kopresipitasi. Pengendapan dilakukan dengan menambahkan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sedikit demi sedikit sambil diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur  $65^\circ\text{C}$ . Penambahan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  ini dilakukan sampai mendapatkan pH larutan 3, 5 dan 7. Selanjutnya larutan hasil kopresipitasi dicuci dengan menggunakan aquades untuk menghilangkan sisa-sisa basa saat proses kopresipitasi. Selanjutnya, hasil endapan dari proses pencucian dikeringkan dengan menggunakan *hot plate* pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 6 jam sampai terjadi kerak. Khusus untuk pH 1, perlakuan yang diberikan terhadap specimen berbeda. Larutan hasil lolos penyaringan dititrasi dengan menggunakan aquades sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* tanpa temperatur sampai didapatkan pH 1 pada larutan. Persamaan reaksi pada saat proses pengendapan dapat dilihat pada persamaan (3.2).



Selanjutnya hasil larutan dikeringkan dengan menggunakan *hot plate* pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  selama 8 jam sampai mengkerak. Sampel yang sudah kering dan mengerak digerus dengan menggunakan mortar sampai diperoleh serbuk lembut. Setelah itu serbuk dikalsinasi dengan variasi temperatur  $500^\circ\text{C}$ ,  $800^\circ\text{C}$ ,  $1100^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Persamaan reaksi saat proses kalsinasi dapat dilihat pada persamaan 3.3.



Hasil dari sintesis setelah proses kalsinasi, selanjutnya diuji dengan menggunakan instrument XRF dan XRD.



### 3.3 Karakterisasi Serbuk Besi Oksida

#### 3.3.1 *X-ray Fluorescence (XRF)*

Bahan dasar dari penelitian diuji dengan menggunakan XRF yang dilakukan di Laboratorium FMIPA, Universitas Makasar. Pengujian dilakukan sebelum dilakukan sintesis dengan tujuan untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung di dalam bahan dasar penelitian.

Prinsip kerja dari instrument XRF menggunakan sinar-X dari tabung pembangkit sinar-X untuk mengeluarkan elektron dari kulit bagian dalam untuk menghasilkan sinar-X baru dari sampel yang diuji. Selanjutnya, elektron dari kulit bagian dalam suatu atom pada sampel uji menghasilkan sinar-X dengan panjang gelombang karakteristik dari setiap atom di dalam sampel. Sehingga, pengukuran intensitas sinar-X karakteristik dari setiap unsur dapat dibandingkan intensitasnya dengan suatu standar yang diketahui konsentrasinya, maka konsentrasi unsur dalam sampel dapat ditentukan.



**Gambar 3.1** Seperangkat peralatan XRF

### 3.3.2 *X-ray Diffractometer (XRD)*

Sampel sebelum disintesis dan setelah disintesis diuji menggunakan XRD tipe Philips X'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer). Pengujian dilakukan di Laboratorium Difraksi sinar-X RC (*Research Center*) LPPM ITS Surabaya. Pengukuran ini dilakukan pada jangkauan sudut  $2\theta$  15-65°. Kemudian dari hasil XRD ini dilakukan identifikasi fasa (kualitatif) dan kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan dengan *Match!* dan analisis kuantitatif dilakukan dengan *Rietica* berbasis metode *Rietveld*. Kemudian, parameter keluaran hasil *refinement* dimanfaatkan untuk menganalisis komposisi fasa dari sampel yang diuji. Data hasil XRD juga dapat digunakan untuk memperkirakan ukuran kristal dengan perangkat lunak MAUD.



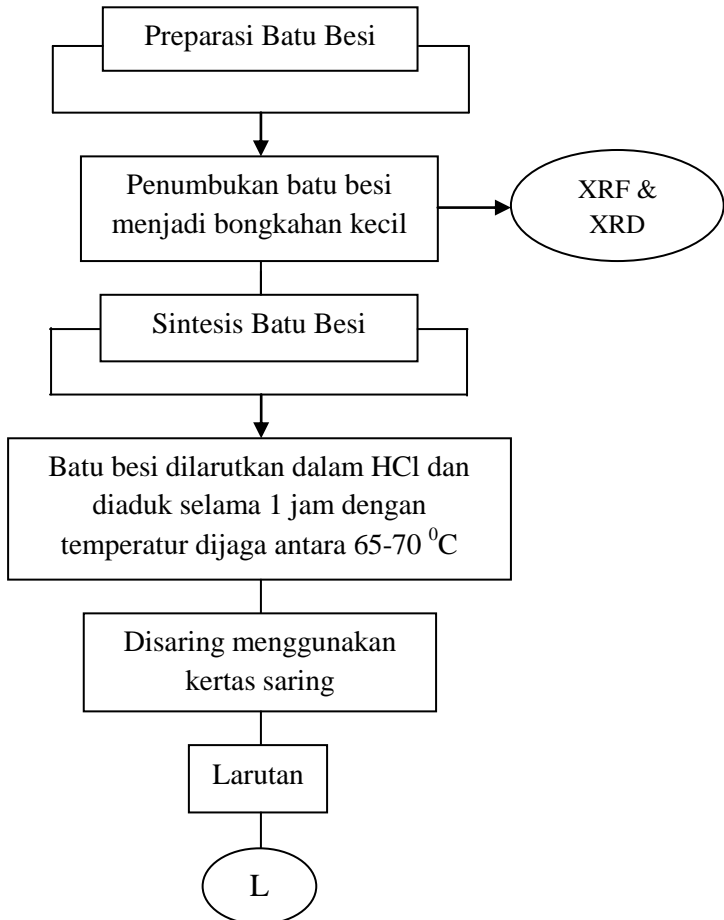
**Gambar 3.2** Seperangkat peralatan XRD *PhilipsX'Pert MPD (Multi Purpose Diffractometer) system*.

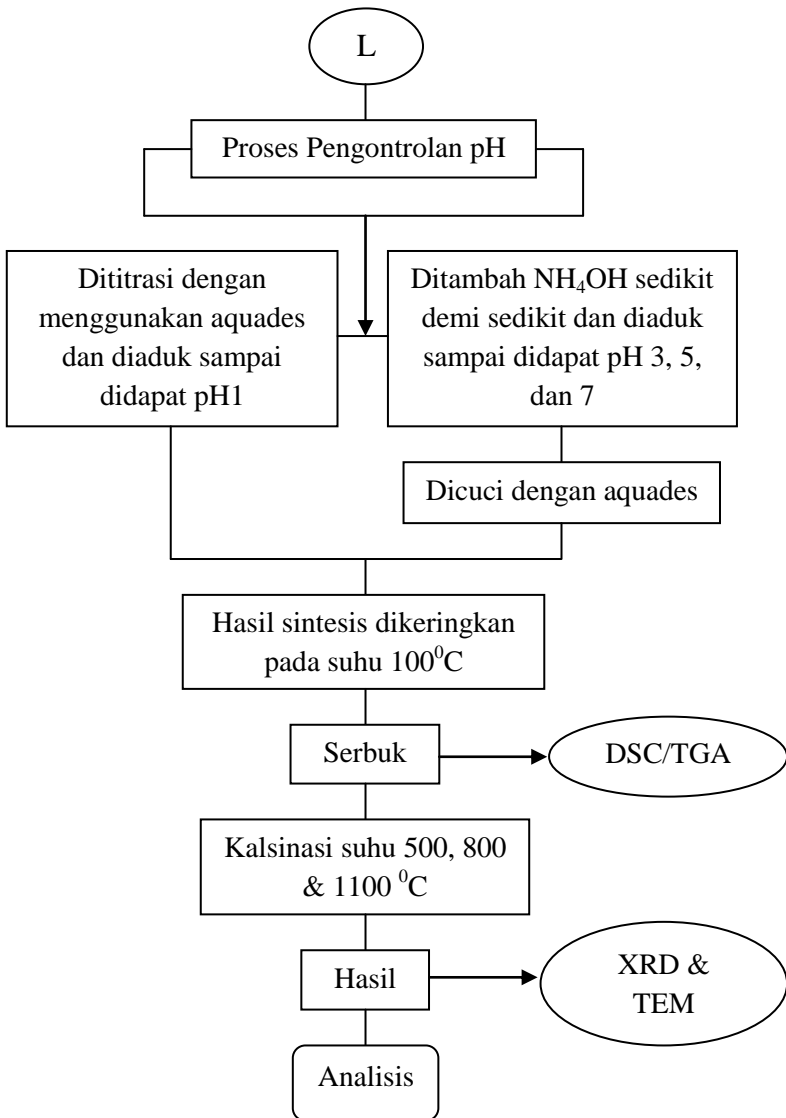
### 3.3.3 *Differential Thermal Analysis/Differential Thermogravimetry (DTA/TG)*

*Differential Thermal Analysis/Differential Thermogravimetry (DTA/TG)* digunakan untuk mengetahui temperatur kalsinasi dari sampel hasil sintesis. Pengujian DTA/TG dilakukan di LPPM ITS Surabaya. *Differential Thermal Analysis/Differential*

*Thermogravimetry* (DTA/TG) adalah suatu alat yang digunakan untuk mengetahui temperatur kalsinasi dari material uji.

### 3.4 Diagram Penelitian





**Gambar 3.3** Diagram alir penelitian.

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Hasil Sintesis**

Hasil sintesis tiap tahap yang dilakukan pada Bab III dapat diperlihatkan pada Gambar 4.1 – 4.5. Gambar 4.1 menunjukkan hasil dari penumbukan bongkahan besar batu besi menjadi bongkahan kecil, yang selanjutnya diuji XRF dan XRD pada permukaan yang telah diratakan. Hasil uji XRF dapat dilihat pada Tabel 4.1 dan pola hasil XRD batu tersebut pada Gambar 4.5.



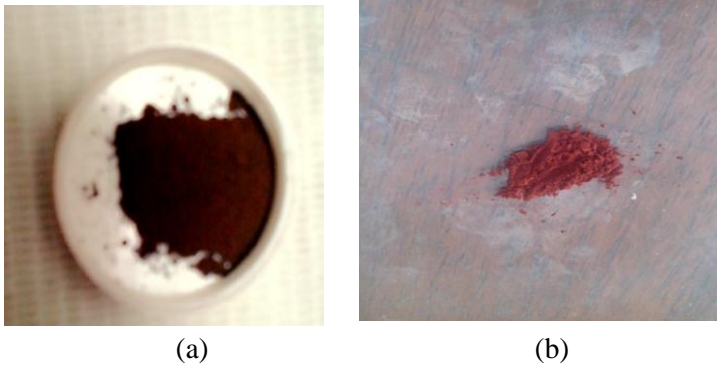
**Gambar 4.1** Bahan dasar batu besi untuk sintesis



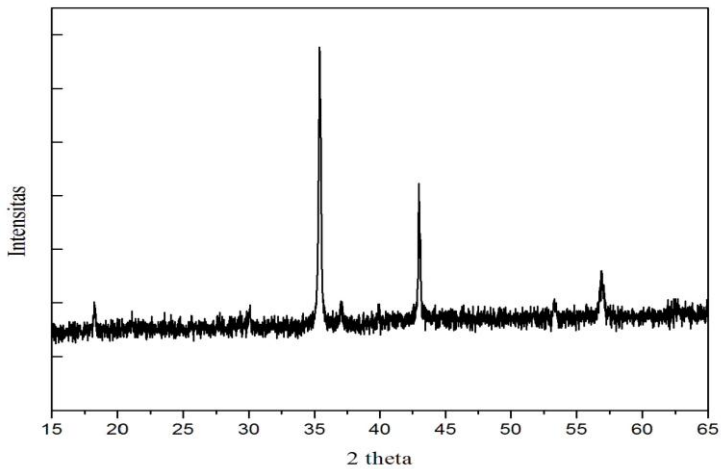
**Gambar 4.2** Hasil sintesis batu besi dengan HCl setelah proses penyaringan



**Gambar 4.3** Hasil proses pengendapan dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$



**Gambar 4.4** (a) Serbuk hasil kopresipitasi  
(b) Serbuk setelah proses kalsinasi

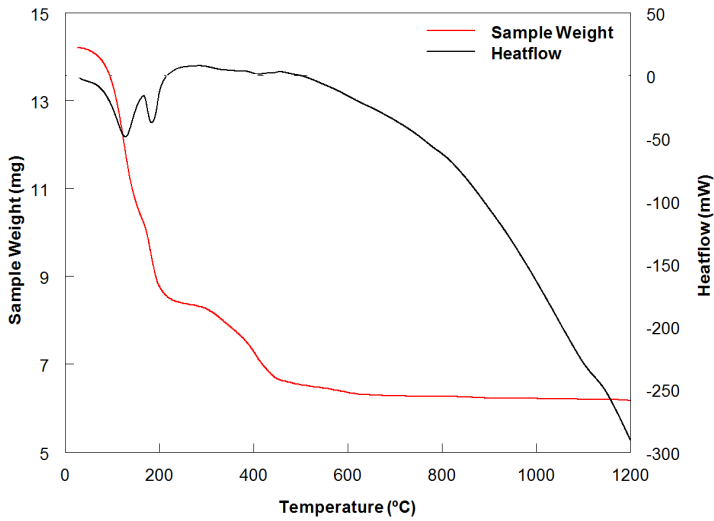


**Gambar 4.5** Pola difraksi batu besi

**Tabel 4.1** Hasil Uji XRF Batu Besi

Unsur	Wt (%)
Fe	74,78
Cu	12,53
S	6,97
Ca	3,30
Mn	1,20
Ti	0,836
P	0,193
Zn	0,156
Nb	0,0162
In	0,0077
Sn	0,0070

**4.2 Hasil DSC-TGA**



**Gambar 4.6** Kurva DSC-TGA sampel pH 1



Gambar 4.6 merupakan hasil uji DSC-TGA sampel pH 1 dengan garis warna hitam adalah kurva DSC dan warna merah adalah kurva TGA. Hasil kurva DSC menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu kurva DSC semakin menurun. Ini mengindikasikan adanya perubahan fasa yang terjadi. Selain itu terjadi proses eksoterm pada suhu 150 - 200 °C yang mengindikasikan terjadinya penguapam H<sub>2</sub>O. Hasil kurva TGA menunjukkan bahwa kesetabilan massa dimulai pada suhu 500 °C. Adanya acuan tersebut maka untuk suhu kalsinasi digunakan adalah 500 °C, 800 °C dan 1100 °C. Hasil uji DSC-TGA untuk pH 3, 5 dan 7 dapat dilihat pada Lampiran A.

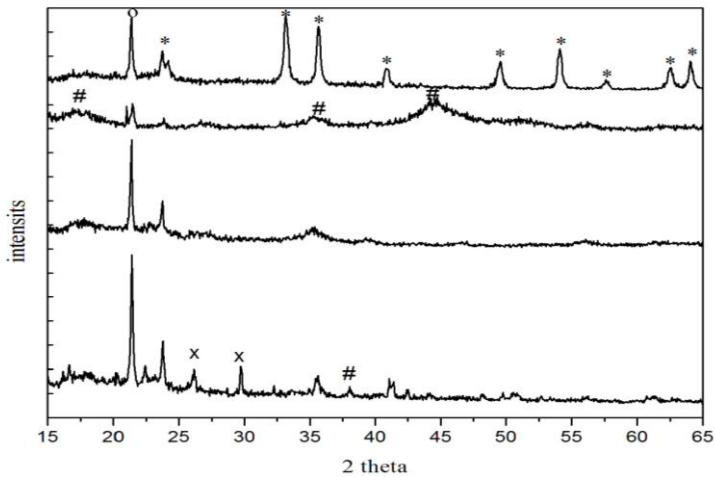
### **4.3 Analisis Fasa**

#### **4.3.1 Analisis Kualitatif**

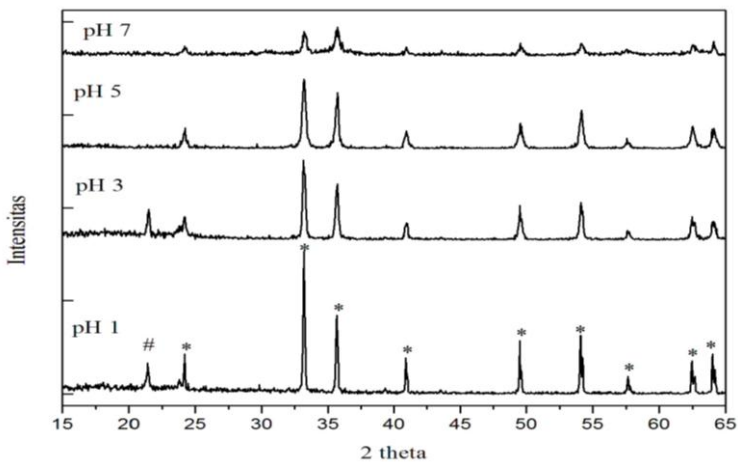
Gambar 4.7 menunjukkan pola XRD untuk sampel pH setelah proses kopresipitasi. Dapat dilihat bahwa sebelum proses kopresipitasi fasa yang terbentuk antara lain Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan FeCl<sub>3</sub>. Gambar 4.8, 4.9 dan 4.10 berturut-turut menunjukkan pola XRD untuk sampel hasil kalsinasi suhu 500 °C, 800 °C dan 1100 °C selama 1 jam dengan variasi pH. Terlihat bahwa fasa yang terbentuk adalah fasa tunggal hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (PDF no. 33-664).

Pada beberapa pola XRD teridentifikasi puncak plastisin yang merupakan bahan penyangga sampel saat pengumpulan data. Pola XRD untuk plastisin dapat dilihat pada Lampiran E.

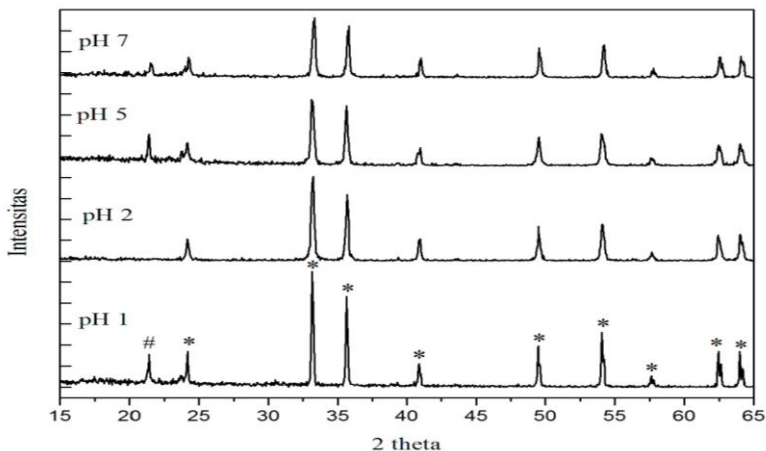
Pola-pola XRD tersebut memiliki posisi-posisi puncak yang secara umum sama, namun intensitasnya cenderung turun seiring peningkatan pH. Ini akan dibahas lebih lanjut di Subbab 4.5.



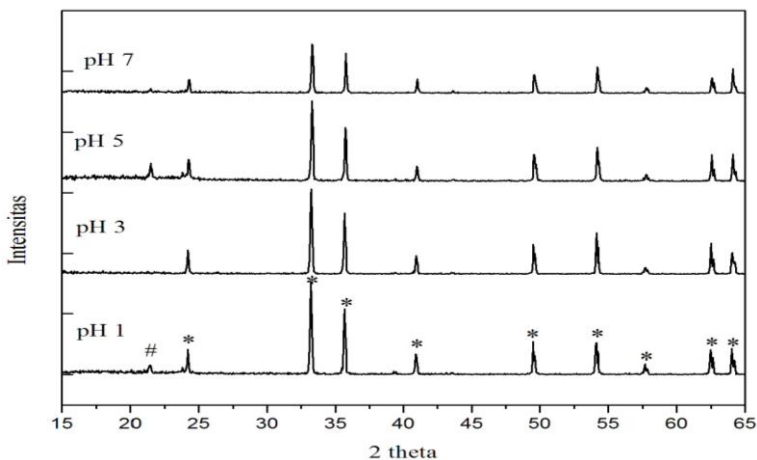
**Gambar 4.7** Pola difraksi ( $\text{CuK}\alpha = 1.5418\text{\AA}$ ) untuk sampel variasi pH setelah pengeringan  
Ket : o plastisin, \*  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , #  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , x  $\text{FeCl}_3$



**Gambar 4.8** Pola difraksi ( $\text{CuK}\alpha = 1.5418\text{\AA}$ ) untuk sampel variasi pH pada suhu  $500\text{ }^\circ\text{C}$   
Ket : # plastisin, \*  $\text{Fe}_2\text{O}_3$



**Gambar 4.9** Pola difraksi ( $\text{CuK}\alpha = 1.5418\text{\AA}$ ) untuk sampel variasi pH pada suhu 800 °C  
Ket : # plastisin, \*  $\text{Fe}_2\text{O}_3$



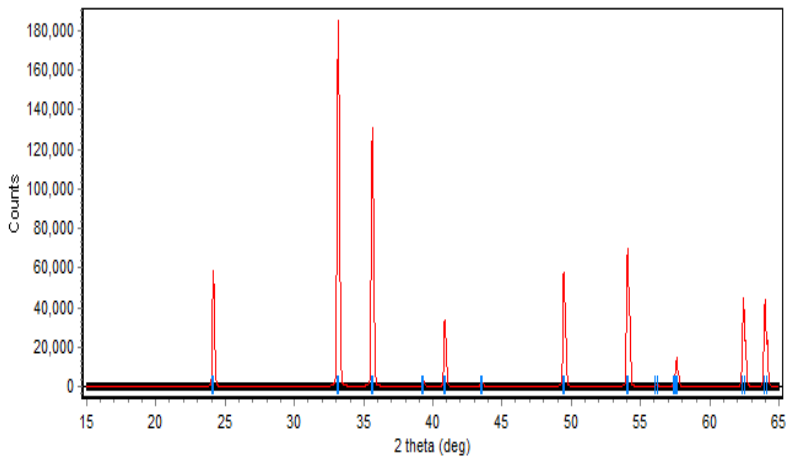
**Gambar 4.10** Pola difraksi ( $\text{CuK}\alpha = 1.5418\text{\AA}$ ) untuk sampel variasi pH pada suhu 1100 °C  
Ket : # plastisin, \*  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

### 4.3.2 Analisis Kuantitatif

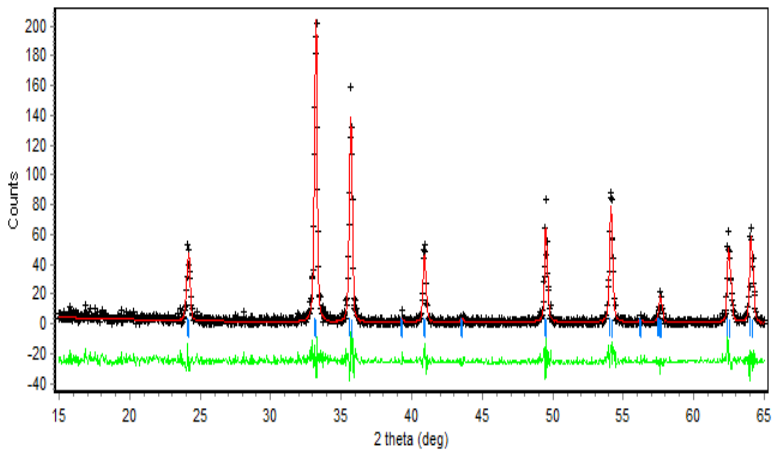
Analisis kuantitatif dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica* berbasis metode *Rietveld*. Dalam melakukan analisis dengan *Rietica* perlu dibuat model terlebih dahulu yang dalam penelitian didasarkan pada data kristal hematit (ICSD no. 40142) seperti yang ditunjukkan pada Lampiran B. Pemodelan tersebut akan digunakan sebagai pola difraksi terhitung. Model pola terhitung dari fasa hematit dapat dilihat pada Lampiran C.

Setelah pembuatan model pola terhitung, penghalusan *Rietveld* bisa dilakukan dengan mengubah parameter-parameter tertentu. Parameter yang diubah adalah *background* ( $B_0$ ,  $B_1$ ,  $B_2$ ), *sample displacement*, parameter kisi, *phase scale*, komponen *Asymmetry*, komponen Gaussian ( $U$ ), dan komponen Lorentzian ( $\gamma_0$ ). Gambar 4.12 adalah contoh plot hasil akhir penghalusan yang diperoleh dari analisis *Rietica*. Puncak warna merah menunjukkan pola difraksi terhitung, puncak (+++) adalah pola difraksi terukur, warna biru adalah puncak fasa (hematit) dan kurva paling bawah adalah plot selisih. Hasil akhir dari penghalusan dengan menggunakan metode *Rietveld* dapat dinyatakan selesai dan diterima karena mengikuti syarat utama, yaitu plot selisih antara pola terhitung dan pola terukur memiliki fluktuatif yang relatif kecil. Hal ini hanya dapat diamati secara visual, tidak dapat dikuantisasi. Plot hasil penghalusan dengan metode *Rietveld* selengkapnya ditunjukkan pada Lampiran D.

Tingkat kecocokan dalam analisis *Rietveld* ditunjukkan melalui nilai-nilai *Goodness-of-Fit* (GoF) seperti yang ditampilkan pada Tabel 4.2. Menurut Kisi (1992), nilai GoF dapat diterima apabila nilai total error  $< 4\%$ . Luaran ini dapat dimanfaatkan untuk analisis lebih lanjut. Luaran analisis dengan *Rietica* berupa nilai-nilai parameter kisi, volume kisi dan faktor skala ditampilkan pada Tabel 4.3. Dapat dilihat bahwa tidak ada pengaruh sistematik pH terhadap volume kisi. Nilai faktor skala tidak beraturan, karena jumlah sampel uji pada tiap pengukuran tidak sama.



**Gambar 4.11** Contoh pola difraksi pemodelan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .



**Gambar 4.12** Contoh pola hasil penghalusan sampel pH 3, suhu 800 °C menggunakan metode *Rietveld*.

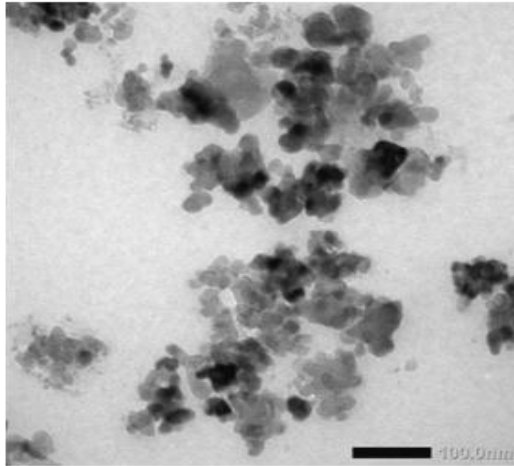
**Tabel 4.2** Nilai FoM Hasil Penghalusan *Rietveld* Untuk Sampel Hasil Kalsinasi.

Sampel	<i>Figure of Merit</i> (FoM) (%)				
	<i>GoF</i>	$R_p$	$R_{wp}$	$R_{exp}$	$R_b$
pH 1, 500 °C	1,1	25,9	34,1	32,2	6,5
pH 3, 500 °C	1,1	24,9	34	33,1	5,6
pH 5, 500 °C	0,8	23,7	33,2	37	5,9
pH 7, 500 °C	1,1	27,1	36,9	32,4	5,7
pH 1, 800 °C	1,1	24,3	33,2	32,9	4,1
pH 3, 800 °C	0,8	22,4	32,1	36,3	6,3
pH 5, 800 °C	1,0	21,8	30,2	30,8	5,6
pH 7, 800 °C	1,0	25,3	35,2	35,4	6,2
pH 1, 1100 °C	0,9	25,2	33,3	34,5	5,9
pH 3, 1100 °C	0,7	23,8	31,9	36,8	5,4
pH 5, 1100 °C	1,1	24,3	34,5	33,5	4,9
pH 7, 1100 °C	0,7	26,4	34,6	41,4	6,2

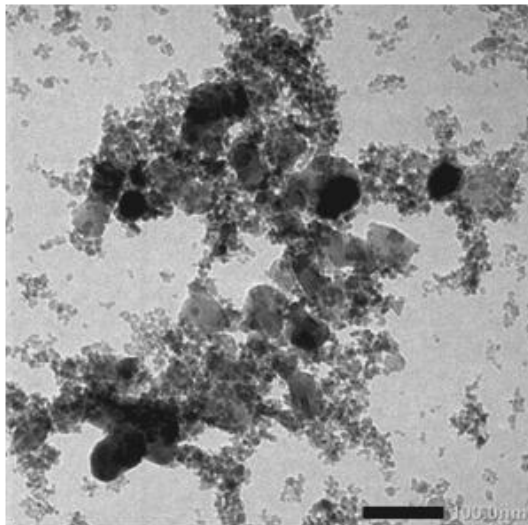
**Tabel 4.3. Nilai FoM Hasil Penghalusan Rietveld untuk Sampel Hasil Kalsinasi.**

Sampel	Parameter Kisi		Volume Kisi ( $\text{\AA}^3$ )	Faktor Skala ( $\times 10^{-5}$ )
	a = b	c		
pH1, 500 °C	$5,0308 \pm 0,00092$	$13,735 \pm 0,00307$	$301,048 \pm 0,1032$	$1,200 \pm 4,5657$
pH 3, 500 °C	$5,0357 \pm 0,00089$	$13,753 \pm 0,00319$	$302,036 \pm 0,1032$	$1,226 \pm 0,1032$
pH 5, 500 °C	$5,0358 \pm 0,00087$	$13,763 \pm 0,00321$	$302,272 \pm 0,1020$	$1,146 \pm 5,1867$
pH 7, 500 °C	$5,0357 \pm 0,00098$	$13,753 \pm 0,00355$	$302,037 \pm 0,1142$	$1,272 \pm 5,1940$
pH 1, 800 °C	$5,0329 \pm 0,00137$	$13,741 \pm 0,04270$	$301,439 \pm 0,1493$	$1,187 \pm 5,7201$
pH 3, 800 °C	$5,0367 \pm 0,00061$	$13,757 \pm 0,00229$	$302,230 \pm 0,7224$	$1,689 \pm 7,3863$
pH 5, 800 °C	$5,0360 \pm 0,00077$	$13,746 \pm 0,00289$	$301,921 \pm 0,9084$	$1,356 \pm 4,6028$
pH 7, 800 °C	$5,0373 \pm 0,00068$	$13,753 \pm 0,00272$	$302,218 \pm 0,0832$	$1,143 \pm 6,9175$
pH 1, 1100 °C	$5,0300 \pm 0,00129$	$13,729 \pm 0,00401$	$300,835 \pm 0,1407$	$1,242 \pm 7,2407$
pH 3, 1100 °C	$5,0342 \pm 0,00106$	$13,736 \pm 0,00329$	$301,470 \pm 0,1152$	$1,053 \pm 5,1039$
pH 5, 1100 °C	$5,0308 \pm 0,00149$	$13,725 \pm 0,00453$	$300,825 \pm 0,1607$	$1,232 \pm 4,3834$
pH 7, 1100 °C	$5,0324 \pm 0,00141$	$13,733 \pm 0,00436$	$301,182 \pm 0,1529$	$0,630 \pm 2,7098$

#### 4.1 Analisis Ukuran Kristal dengan TEM



**Gambar 4.13** Hasil TEM pada sampel pH 3, T = 500 °C



**Gambar 4.14** Hasil TEM pada sampel pH 7, T = 500 °C



Analisis ukuran kristal hematit dilakukan dengan melakukan uji TEM. Pengujian dengan TEM dilakukan pada sampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada pH 3 dan 7 dengan suhu kalsinasi 500 °C. Hasil pengujian TEM pada Gambar 4.13 menunjukkan bahwa ada pengaruh yang cukup signifikan pH terhadap ukuran kristal dan distribusinya. Hasil TEM pada sampel pH 3 menghasilkan ukuran rata-rata kristal sekitar 30 nm dengan distribusi yang relatif homogen, sedangkan sampel pH 7 memiliki ukuran rata-rata sekitar 10 nm dengan distribusi yang lebih heterogen.

## 4.2 Pembahasan

Sintesis serbuk besi oksida hematit dengan bahan dasar batu besi menggunakan metode kopresipitasi telah selesai dilakukan. Sebelum disintesis, batu besi diuji XRD dan XRF terlebih dahulu. Gambar 4.5 menunjukkan bahwa batu besi berfasa tunggal magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Uji XRF menghasilkan data kandungan unsur Fe sebesar 74,78 wt%, Cu sebesar 12,53 wt%, Ca sebesar 3,30 wt%, Mn sebesar 1,20 wt% dan prosentase minor adalah bahan pengotor yang lain. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa, menggunakan XRD, hanya anion Fe yang membentuk kristal, sedangkan kation-kation lain diduga membentuk senyawa lain yang berstruktur amorf.

Dalam sintesis awal, oksida besi dicampurkan ke dalam larutan HCl untuk melarutkan oksida besi. Pada saat melarutkan dengan HCl diperlukan suhu sekitar 70 °C untuk meningkatkan kontak dan frekuensi tumbukan antar Fe, sehingga dapat mempermudah dan mempercepat reaksi. Begitu pula pada saat proses pengendapan, digunakan suhu sekitar 70 °C agar dapat mempercepat dan mempermudah proses pengendapan. Hasil dari sintesis yang telah dikeringkan akan mengkerak yang selanjutnya dihaluskan dengan mortar. Proses penghalusan ini bertujuan untuk memperkecil ukuran partikel agar memperluas bidang luas permukaan (Riyan, 2012).

Dalam penelitian ini terdapat 12 sampel dengan masing-masing variasi suhu dan pH. Massa dari hasil sintesis pada tiap

sampel berbeda. Massa untuk pH 3 didapatkan sebesar 1,5181 gr, pH 5 sebesar 1,737 gr dan pH 7 sebesar 2,6 gr. Meningkatnya massa pada masing-masing pH dikarenakan semakin tinggi nilai pH maka volume titrasi yang diperlukan semakin banyak. Sehingga semakin banyak volume titrasi maka endapan yang dihasilkan juga semakin meningkat. Ini mengindikasikan bahwa massa serbuk hasil sintesis akan meningkat seiring dengan bertambahnya nilai pH.

Berdasarkan hasil Match! didapatkan bahwa sampel mengandung fasa hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) 100 % (PDF no. 33-664) setelah proses kalsinasi. Sebelum tahap kalsinasi, serbuk-serbuk hasil pengeringan mengandung fasa-fasa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{FeCl}_3$ . Pembentukan fasa hematit disebabkan adanya faktor kalsinasi suhu 500 °C, 800 °C dan 1100 °C. Transformasi fasa dari magnetit menjadi hematit terjadi pada suhu antara 320 oC dan 450 oC dengan transformasi fasa berjalan lambat. Pada suhu 500 oC akan tercipta inti hematit dan akan tumbuh menjadi fasa hematit dengan cepat (Ghufron, 2010).

Hasil pengukuran XRD sampel-sampel setelah kalsinasi pada Subbab 4.2, dapat dilihat bahwa intensitas dari semua sampel memiliki kecenderungan menurun seiring dengan peningkatan pH pengendapan dikarenakan lebar penuh setengah puncak (FWHM) sampel semakin melebar pada kenaikan pH. Ini mengindikasikan bahwa ukuran kristal semakin mengecil dengan meningkatnya pH. Fenomena ini sesuai dengan persamaan Scherrer yang menunjukkan hubungan keterbalikan antara ukuran kristal dengan nilai FWHM. Persamaan Scherrer :

$$D = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots (4.1)$$

dengan D adalah ukuran kristal dan  $\beta$  adalah lebar FWHM (Hasbiyati, 2009). Berbanding terbalik untuk variasi suhu kalsinasi masing-masing sampel. Semakin tinggi suhu kalsinasi maka intensitas cenderung naik dan lebar FWHM semakin sempit, sehingga ukuran kristal semakin besar seiring dengan bertambahnya suhu kalsinasi.

Analisis ukuran kristal dilakukan dengan pengujian TEM. Gambar 4.12 menunjukkan bahwa ukuran kristal pH 7 lebih kecil daripada pH 3. Ini mengindikasikan bahwa semakin tinggi pH maka ukuran kristal mengecil. Semakin kecilnya ukuran kristal pada pH 7 dikarenakan pada saat proses pengendapan, ion  $\text{OH}^-$  dari larutan basa akan cenderung mengikat ion  $\text{H}^+$  dari larutan asam membentuk molekul  $\text{H}_2\text{O}$ . Seiring dengan bertambahnya titrasi larutan basa ke dalam larutan asam maka jumlah gugus hidroksil ( $\text{OH}$ ) juga semakin meningkat sehingga akan membentuk nukleasi gel. Adanya jumlah gugus hidroksil yang semakin meningkat ini membuat ukuran kristal semakin mengecil seiring dengan bertambahnya pH gugus hidroksil ini cenderung membentuk amorf (Herman, 2015). Pada daerah amorf tersebut terjadi ikatan van der Waals yang mana ikatan tersebut lebih lemah dibanding ikatan ionik pada  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  maupun  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Sehingga apabila diberikan perlakuan pemanasan pada temperatur tinggi maka ikatan tersebut cenderung lebih mudah lepas (Suttiponparnit, dkk, 2010). Apabila ditinjau dari variasi suhu (dilihat dari hasil XRD), ukuran kristal tiap sampel akan meningkat seiring dengan meningkatnya suhu kalsinasi. Pada suhu rendah, atom memiliki energi rendah yang menyebabkan atom sulit bergerak dan mengatur kedudukan relatif terhadap atom lain. Sehingga ukuran kristal yang diperoleh kecil. Sedangkan pada suhu tinggi, atom-atom penyusun memiliki energi termal yang cukup untuk terjadinya difusi atom, sehingga atom-atom bergerak melewati batas butir yang menyebabkan perluasan daerah persinggungan antar kristal yang akan memperbesar ukuran butir. Ukuran butir yang semakin besar akan berpengaruh terhadap bentuk dan ukuran kristal. Apabila ditinjau dari variasi pH, ukuran kristal akan semakin menurun seiring bertambahnya nilai pH. Hal ini keterbalikan dengan pengaruh variasi suhu.

Informasi lain yang didapatkan dari hasil TEM yaitu distribusi kristal. Hasil TEM menunjukkan bahwa distribusi ukuran pada pH 3 memiliki kehomogenan yang lebih tinggi

daripada pH 7. Pada proses pengendapan, pH 3 memiliki laju pengendapan yang lebih lambat dari pada pH 7. Sehingga dibutuhkan waktu yang cukup lama dalam proses pengendapan. Hal ini mengakibatkan proses penyusunan atom-atom menjadi lebih teratur sehingga keteraturan atom pada pH 3 lebih tinggi daripada pH 7. Sedangkan pada saat proses pengendapan pH 7, laju pengendapan terjadi lebih cepat sehingga atom-atom tidak memiliki waktu yang cukup untuk mengatur diri. Namun, pada pH 7 tampak terjadi aglomerasi yang lebih tinggi disbanding pH 3 diakrenakan pada saat pH rendah (lebih asam) luasan kontak lebih kecil. Sehingga gaya tolak elektrostatis lebih besar untuk menekan aglomerasi. Berbeda pada pH tinggi, luasan kontak lebih besar sehingga gaya elektrostatis lebih kecil. Akibatnya aglomerasi terjadi lebih besar daripada pH 3 (Suttiaponparnit, dkk, 2010).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Sintesis batu besi dengan metode kopresipitasi dalam variasi pH dihasilkan fasa tunggal hematit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) 100% pada pemanasan temperatur 500 °C, 800 °C, 1100 °C
2. Adanya variasi pH didapatkan ukuran kristal yang semakin kecil dengan adanya penurunan pH pengendapan, yaitu sekitar 30 nm untuk pH 3 dan sekitar 10 nm untuk pH 7.
3. Adanya variasi temperatur kalsinasi didapatkan ukuran kristal yang meningkat dengan seiring bertambahnya temperatur kalsinasi yang dilihat dari pelebaran FWHM hasil pola XRD.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

## DAFTAR PUSTAKA

- Aji, M. P., A. Yulianto., dan S. Bijaksana. 2007. *Sintesis Nanopartikel Magnetit, Maghemit dan Hematit dari Bahan Lokal*. Jurnal Sains Materi Indonesia. ISSN: 1441-1098: 106-108.
- Aldila, Herman. 2015. *Sintesis dan Karakterisasi Zirkonia dari Pasir Zirkon Alam dengan Variasi pH Pengendapan Menggunakan Metode Alkali Fusion-Kopresipitasi*. Surabaya: Tesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Chirita, M., and I. Grozescu. 2009. *Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Nanoparticle, Physical Properties and Their Photochemical and Photoelectrochemical Applications*. Chem. Bull. 54. 68: 1-8.
- Delmiviana, B., Astuti. 2013. *Pengaruh Sonikasi Terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Magnetik yang Disintesis dengan Metode Kopresipitasi*. Jurnal Fisika, Unand.
- Dunlop, J. D. 1971. *Magnetic Properties of Fine-particles Hematite*. Ann. Geophysics, Vol.27, p. 269-293.
- Fernandez, B., Jamarun, N., Arief, S. 2012. *Sintesis, Pelapisan dan Stabilitas Senyawa Oksida Besi Oleh Silika dan Aplikasinya Untuk Amobilisasi Protein*. Padang: Artikel, Universitas Andalas.
- Hasbiyati, H., Triwikantoro. 2009. *Analisis Fasa Kristal Bahan Gelas Metalik Berbasis Zirkonium antara Temperatur 410 °C-430 °C*. Seminar Nasional Pascasarjana IX. ITS. Surabaya.
- Kornak, R., D. Niznasky., K. Haimann., W. Tylus., and K. Maruszewski. 2005. *Synthesis of Magnetic Nanoparticles via*

- the Sol-Gel Technique*. Materials Science-Poland. 23. 1: 87-92.
- M. Tadic, M. Panjan, V. Damjanovic, and I. Milosevic. *Magnetic properties of hematite ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) nanoparticles prepared by hydrothermal synthesis method*. Appl. Surf. Sci., vol. 320, pp. 183–187, Nov. 2014.
- Pardiarto, Bambang. 2011. *Peluang Bijih Besi dalam Pemenuhan Kebutuhan Komoditas Mineral Strategis Nasional*. Buletin Sumber Daya Geologi. Vol. 6, No.2-2011.
- Pratapa, S. (2004). *Bahan Kuliah Difraksi Sinar-x*. Jurusan Fisika, FMIPA ITS. Surabaya.
- Pratapa, S. (2009). *Analisis Data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld*. Jurusan Fisika, FMIPA ITS. Surabaya.
- Peter, T.B., 1990. *Engineering Properties of Carbides, Engineered Material Hand Book*, vol 4, Ceramics and Glasses, Heather, L. F. and Nikki, W.D., ed., The Material Information Society.
- Rahmadani, Melvira. 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) Berbasis Batuan Besi*. Skripsi, Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas, Padang.
- S. Bagheri. 2013. *Generation of Hematite Nanoparticles via Sol-Gel Method*. J. Chem. Sci.
- Saidah, Inayati N. 2012. *Pengaruh Variasi pH Pelarut HCl pada Sintesis Barium M-Heksaferrit dengan Doping Zn ( $\text{BaFe}_{11}\text{Zn}_0.6\text{O}_{19}$ ) Menggunakan Metode Kopresipitasi*. Tugas Akhir, Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya.



Suttiponpamit, K., Jiang, J., Sahu, M., Suvachittanant, S., Charinpanitkul, T., Biswas, P. 2010. *Role of Surface Area, Primary Particle Size, and Crystal Phase on Titanium Dioxide Nanoparticle Dispersion Properties*. Nanoscale Research Letter.

Syukri, S. 1999. *Kimia Dasar 3*. ITB: Bandung.

Tresnadi, Hidir. 2009. *Kajian Penambangan Bijih Besi di Sungai Riam, Pemalongan dan Sumber Mulia Kecamatan Pelaihari Kabupaten Tanah Laut Kalimantan Selatan*. Jurnal Sains dan Teknologi Indonesia, Vol. 11, Hlm. 113-119.

Wang, R., Xu, C., Sun, J., Gao, L., Jin, J., Lin, C. 2013. *Controllable Synthesis of Nano-LiFePO<sub>4</sub> on Graphene Using Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Precursor for High Performance Lithium Ion Batteries*. Materials Letters, vol 112.

Yuliani, Nela R., Arief, A., Septiani, U. 2013. *Penggunaan Reduktor Organik dan Anorganik Pada Proses Sintesis Nanopartikel (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) dengan Metode Kopresipitasi*. Jurnal Kimia, Unand, Padang.

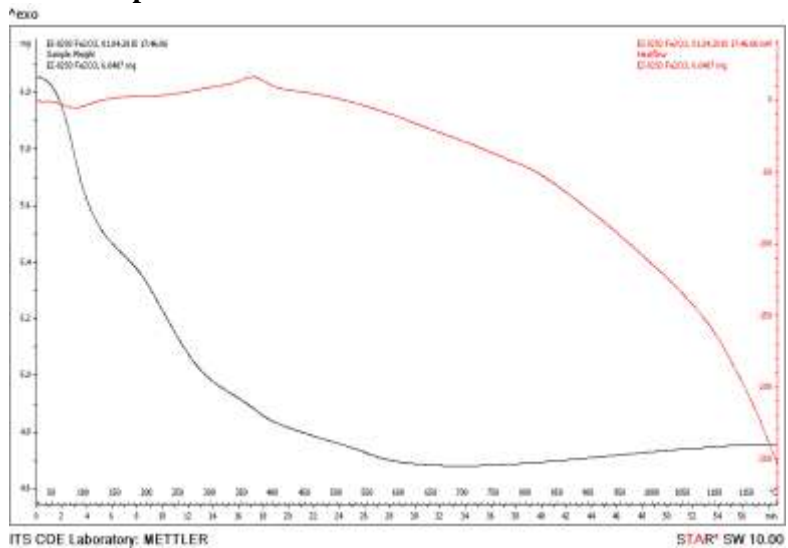
<http://www.Geoatlasindonesia.com/mineral.htm>

[http://id.wikipedia.org/wiki/Bijih\\_besi](http://id.wikipedia.org/wiki/Bijih_besi)

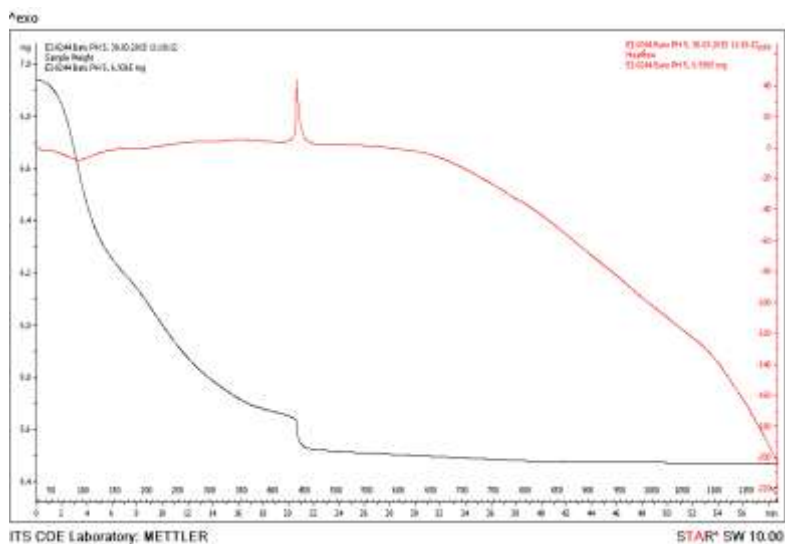
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

## LAMPIRAN A HASIL DSC-TGA

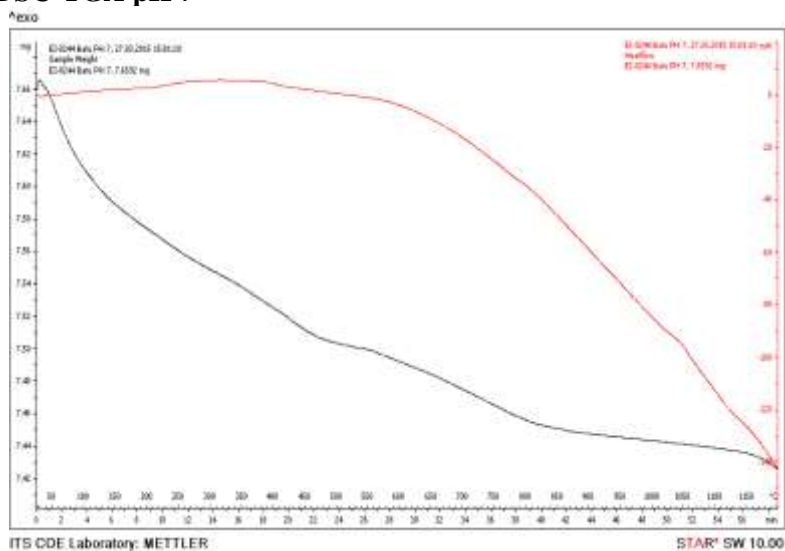
### DSC-TGA pH 3



## DSC-TGA pH 5



## DSC-TGA pH 7



## LAMPIRAN B

### ICSD untuk Pemodelan dari *Database*

#### Data ICSD untuk Hematite

COL ICSD Collection Code 40142

DATE Recorded Jun 2, 1999

NAME Diiron(III) oxide - alpha

MINR Hematite - synthetic

MINR Corundum group

FORM Fe<sub>2</sub> O<sub>3</sub>

= Fe<sub>2</sub> O<sub>3</sub>

TITL Synchrotron X-ray study of the electron density in alpha Fe<sub>2</sub> O<sub>3</sub>

REF Acta Crystallographica B (39,1983-)

ASBSD 50 (1994) 435-441

AUT Maslen E N, Streltsov V A, Streltsova N R, Ishizawa N

CELL a=5.036(1) b=5.036(1) c=13.747(1) V=301.9 D=5.26

Z=6

SGR R -3 c H (167) - trigonal

CLAS -3m (Hermann-Mauguin) - D3d (Schoenflies)

PARM Atom Wyck ----X-----Y-----Z-----

Fe 1 3.000 12c 0. 0. 0.35528(1)

O 1 -2.000 18e 0.69397(10) 0. 1/4

WYCK

REM SNS (synchrotron radiation, single crystal)

REM DEN (accurate electron density determination)

REM M PDF 33-664, without multipole refinement, cp. 81248

REM M Another crystal had z(Fe)=0.35522(1),

x(O)=0.69395(10), R=0.021

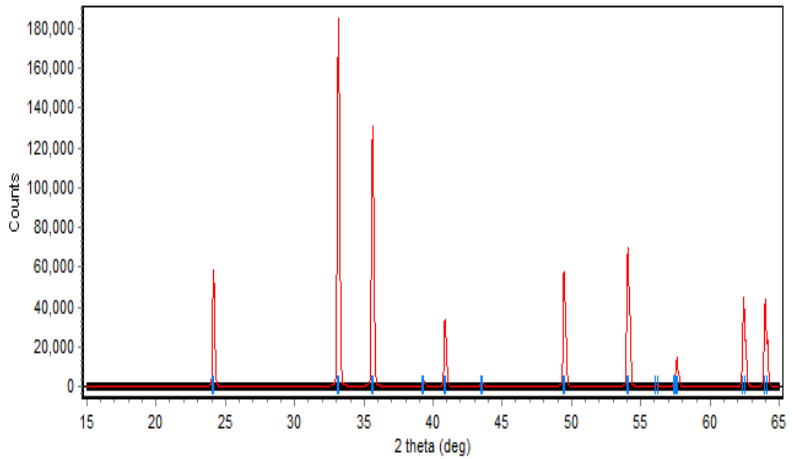
RVAL 0.019

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

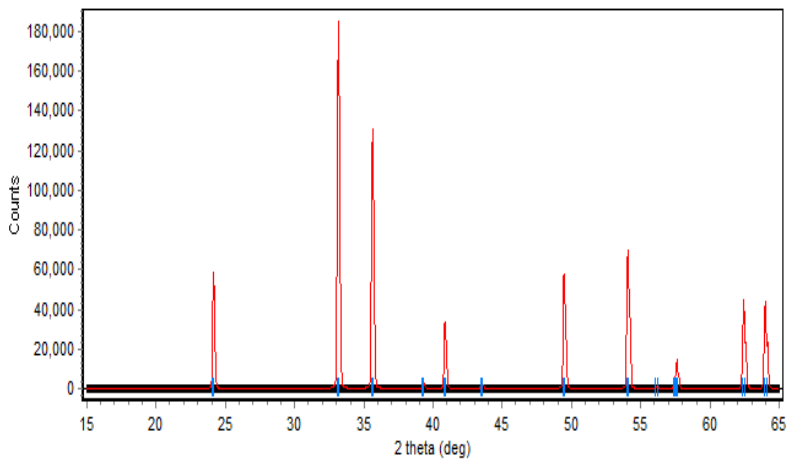
## LAMPIRAN C

### Pola Difraksi Terhitung (Model)

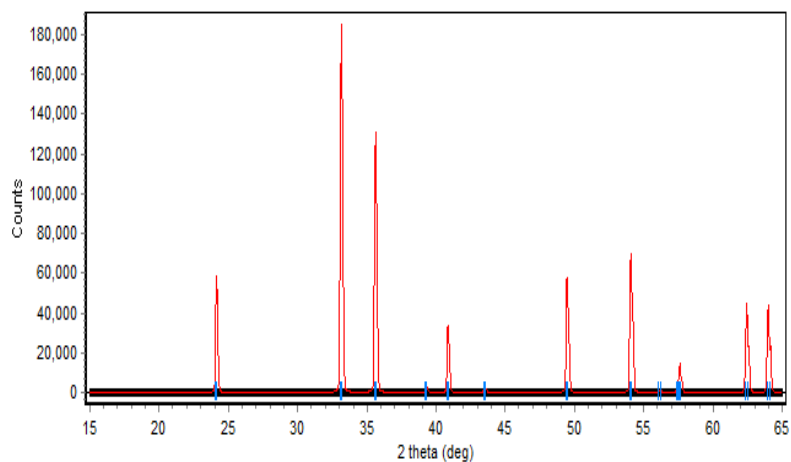
Model Hematit pH 1, 500 °C



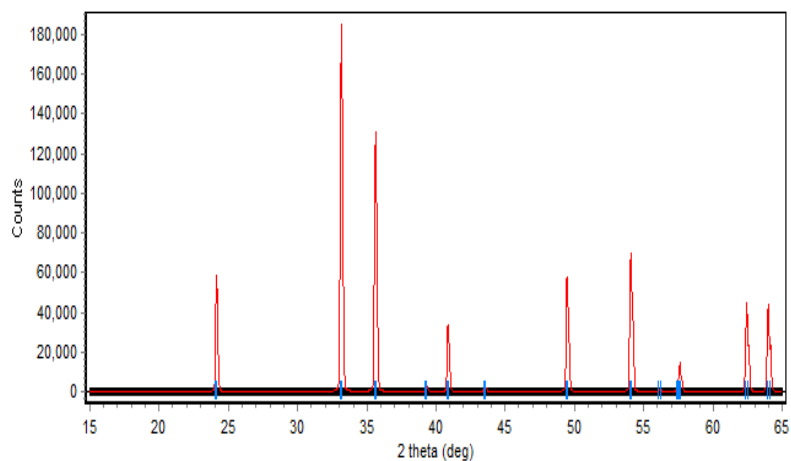
Model Hematit pH 3, 500 °C



## Model Hematit pH 5, 500 °C

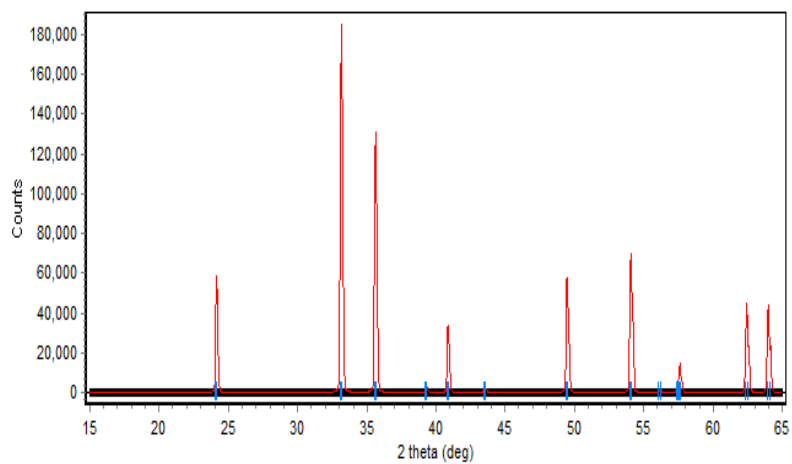


## Model Hematit pH 7, 500 °C

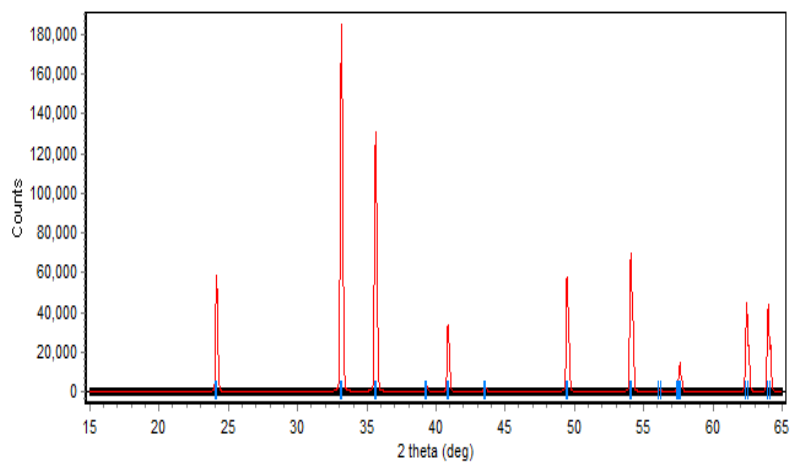




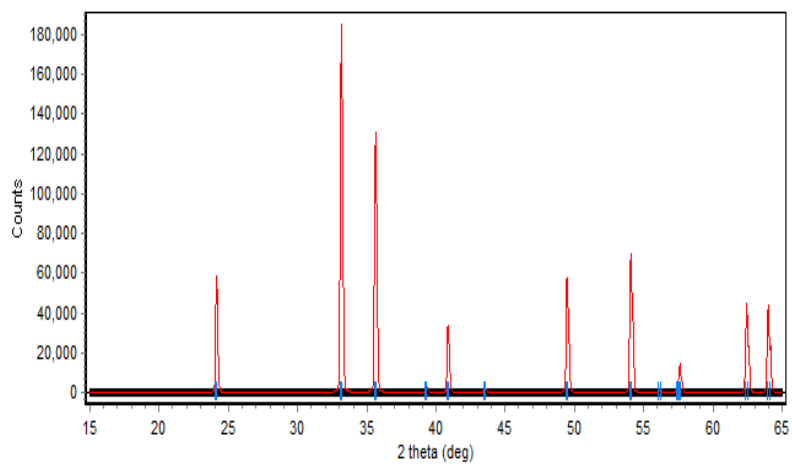
## Model Hematit pH 1, 800 °C



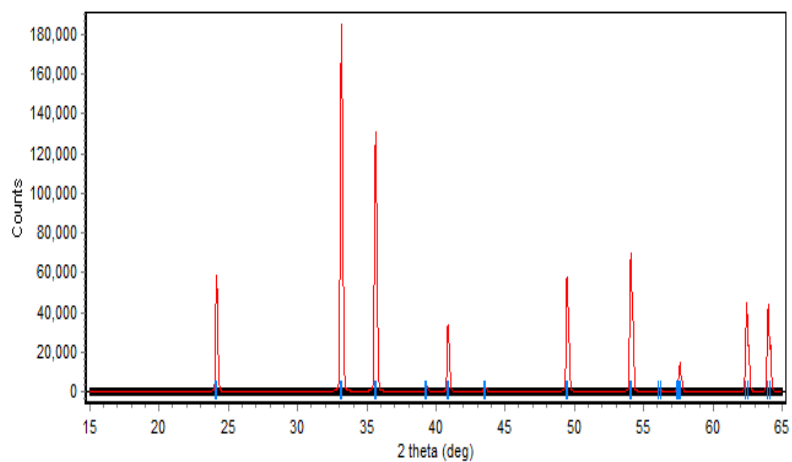
## Model Hematit pH 3, 800 °C



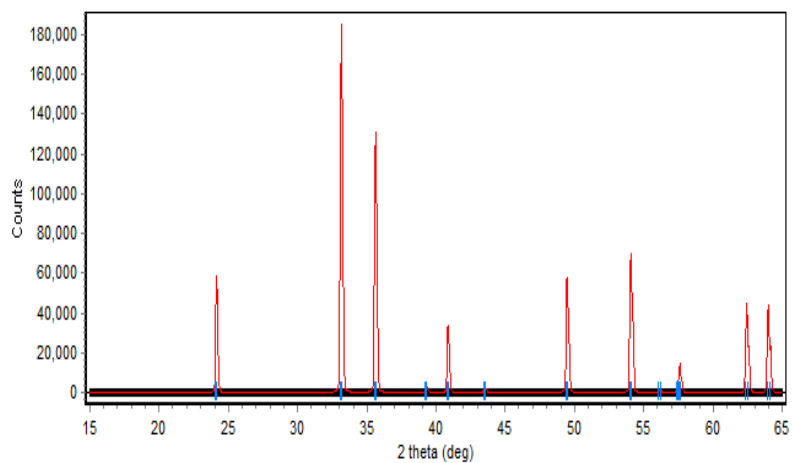
## Model Hematit pH 5, 800 °C



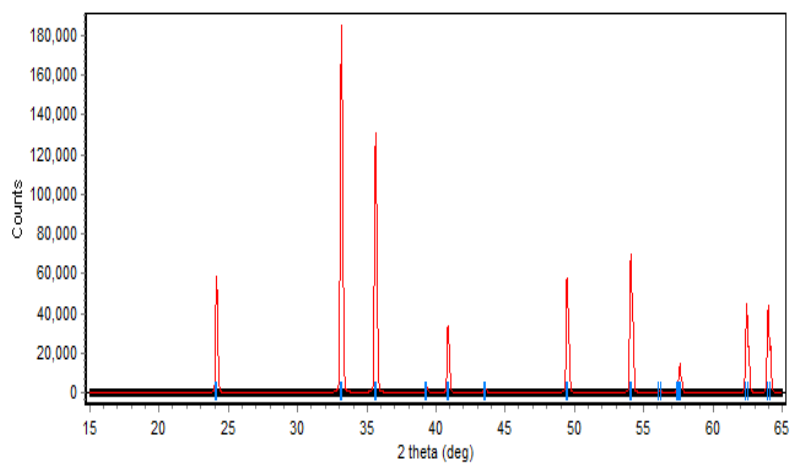
## Model Hematit pH 7, 800 °C



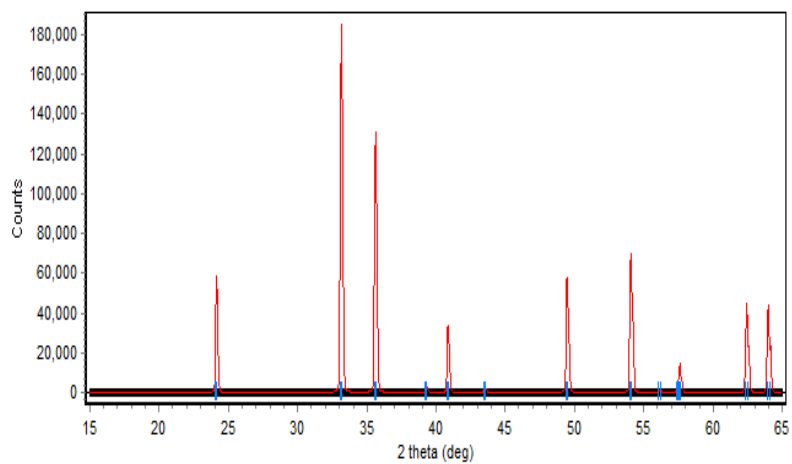
Model Hematit pH 1, 1100 °C



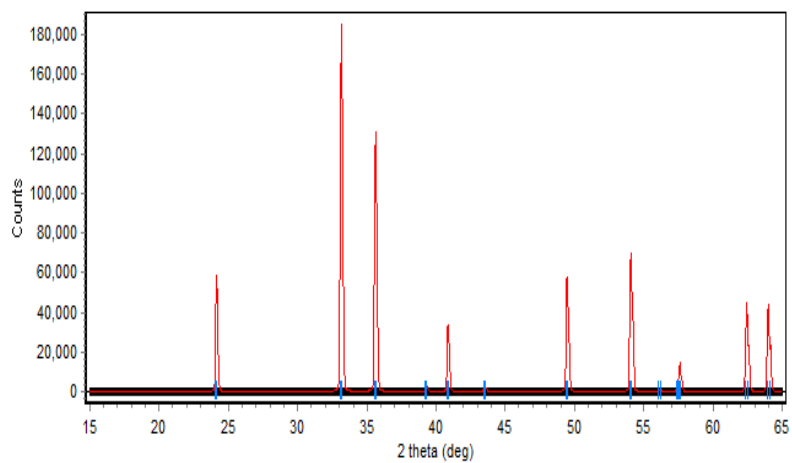
Model Hematit pH 3, 1100 °C



## Model Hematit pH 5, 1100 °C

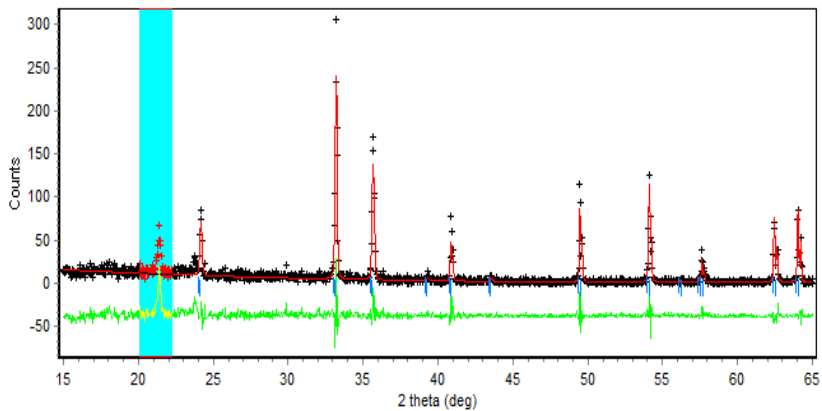


## Model Hematit pH 7, 1100 °C

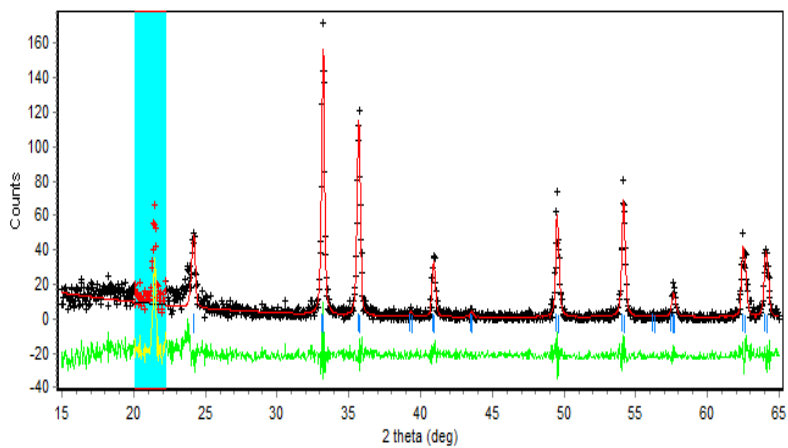


**LAMPIRAN D**  
**Pola Hasil Refinement *Rietica***

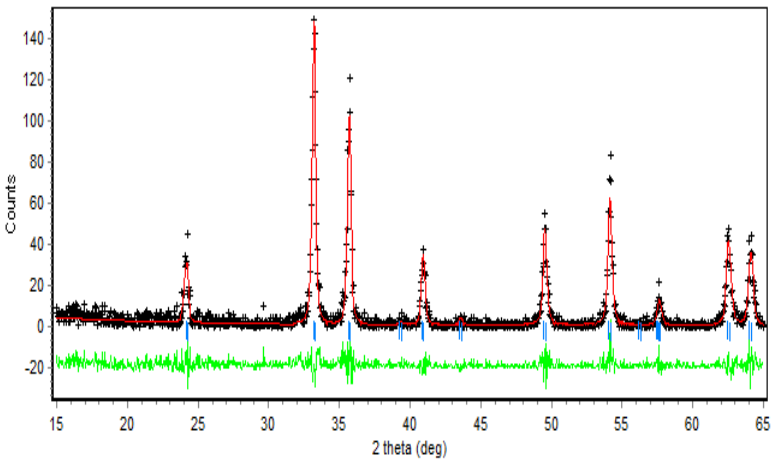
Sampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 1, 500 °C



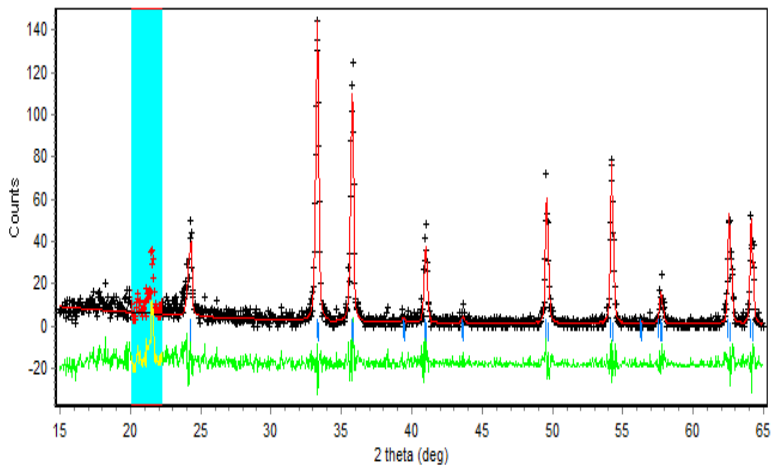
Sampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 3, 500 °C



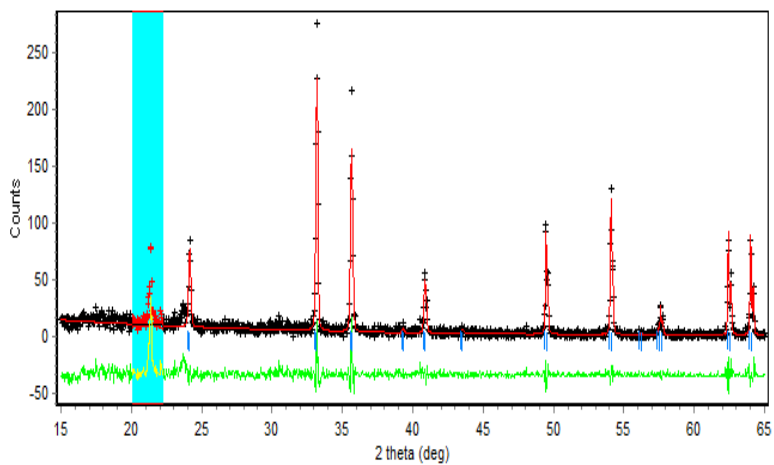
Sampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 5, 500 °C



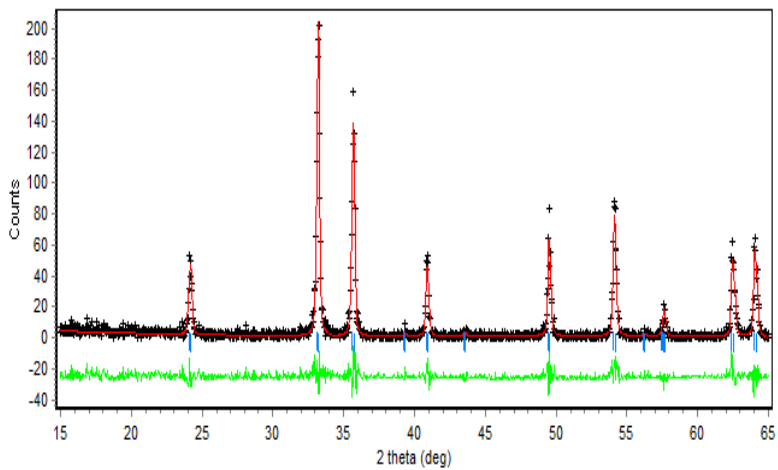
Sampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 7, 500 °C

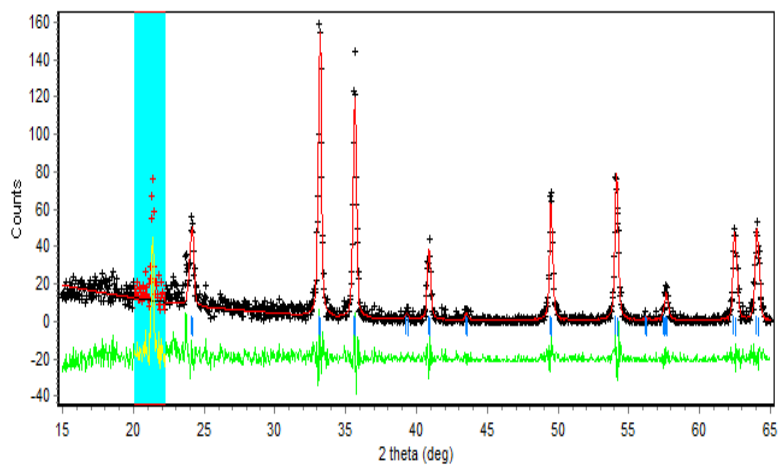
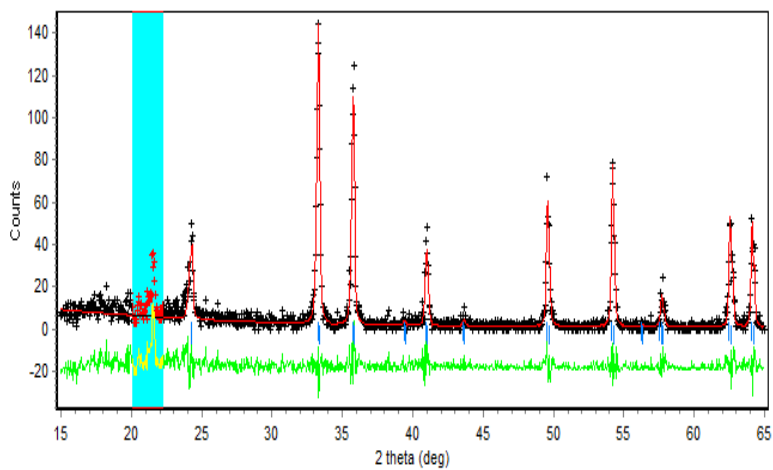


Sampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 1, 800 °C

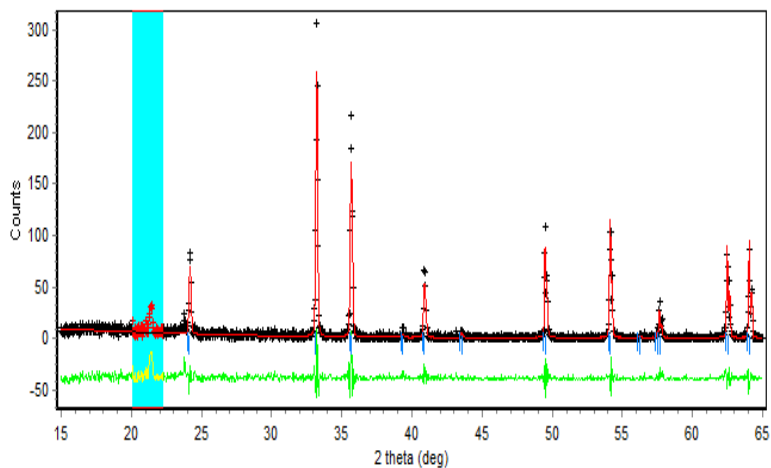
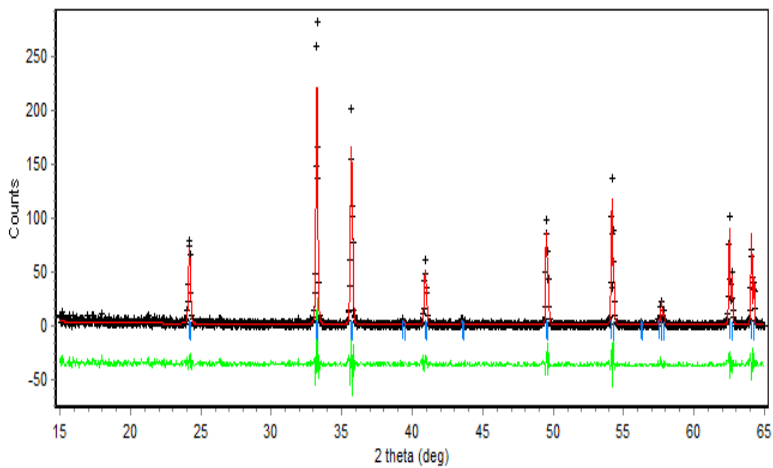


Sampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 3, 800 °C

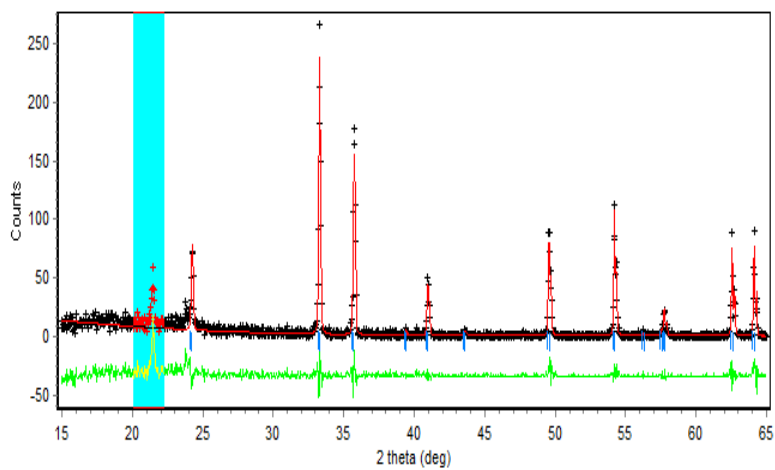


Sampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 5, 800 °CSampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 7, 800 °C

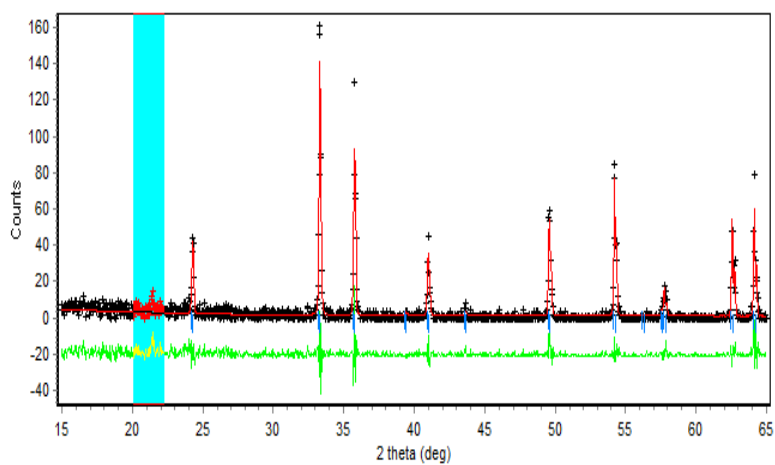


Sampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 1, 1100 °CSampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 3, 1100 °C

Sampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 5, 1100 °C

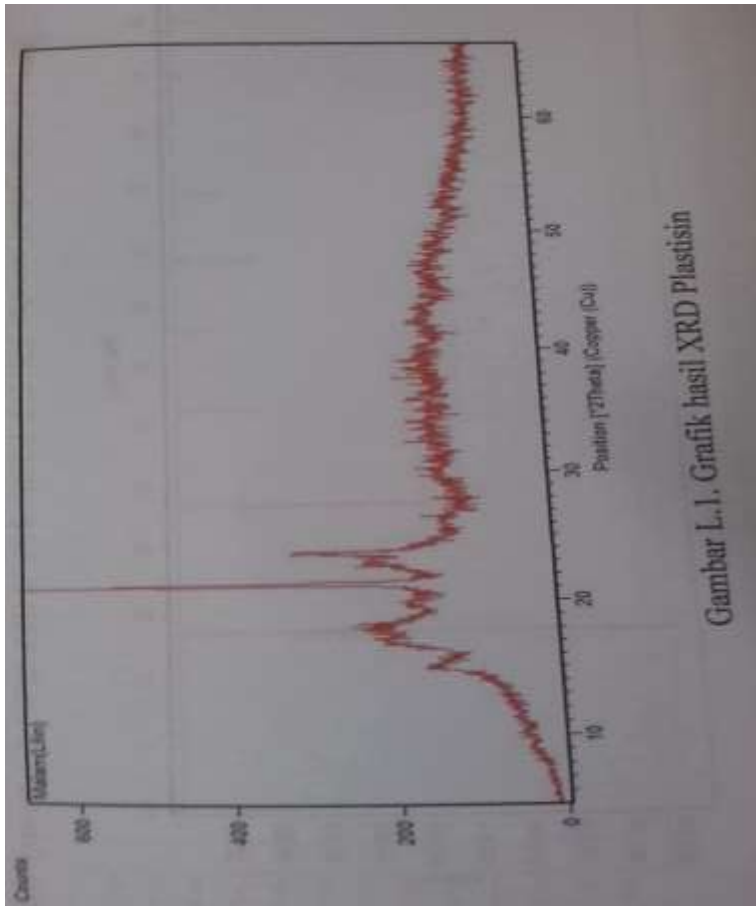


Sampel  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pH 7, 1100 °C



## LAMPIRAN E

### Pola Hasil XRD Plastisin



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

## BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Jombang, 13 Juli 1993, merupakan anak ke 3 dari 5 bersaudara. Semasa kecil penulis menempuh pendidikan formal antara lain di TK Muslimat, SDN Gambiran I, SMP Negeri 1 Mojoagung, dan SMA Negeri 3 Jombang. Semasa sekolah di SMP N I Mojoagung, penulis aktif di kegiatan OSIS. Penulis juga semasa sekolah di SMA, aktif di dunia penelitian sebagai tim remaja ilmiah atau KIR.

Pada tahun 2011 penulis diterima di Perguruan Tinggi Jurusan Fisika ITS Surabaya melalui jalur SNMPTN tulis. Penulis sempat aktif dalam organisasi kampus Himpunan Mahasiswa Fisika ITS (HIMASIKA ITS) menjabat sebagai staf Departemen Kesejahteraan Mahasiswa. Penulis juga aktif dalam program kreatifitas mahasiswa (PKM) dan mendapatkan pendanaan dari DIKTI tahun 2011-2014.

Harapan besar penulis adalah bisa memanfaatkan usia yang masih muda ini untuk terus belajar dan berkarya dalam dunia pendidikan dan penelitian. Untuk keterangan lebih jelas mengenai Tugas akhir ini dapat menghubungi penulis melalui email: [kunti.nailazzulfa@gmail.com](mailto:kunti.nailazzulfa@gmail.com).